



# **L'analyse in-situ par fluorescence X : une méthode adaptée à l'estimation de minéralisations en place : application aux minéralisations zincifères**

Olivier Eteradossi

## **► To cite this version:**

Olivier Eteradossi. L'analyse in-situ par fluorescence X : une méthode adaptée à l'estimation de minéralisations en place : application aux minéralisations zincifères. Géologie appliquée. Université Scientifique et Médicale de Grenoble, 1985. Français. <tel-00708596>

**HAL Id: tel-00708596**

**<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00708596>**

Submitted on 15 Jun 2012

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE  
DES TECHNIQUES INDUSTRIELLES  
ET DES MINES D'ALES  
(E.N.S.T.I.M.A.)

ETERADOSSI (O.)

UNIVERSITE SCIENTIFIQUE ET  
MEDICALE DE GRENOBLE I  
(U.S.M.G.)

Ex. n° 1

# THESE

présentée pour obtenir le grade de :  
Docteur de l'Université Scientifique et Médicale de Grenoble I

Spécialité : GEOLOGIE APPLIQUEE

par

Olivier ETERADOSSI

4 SEP. 1985

UNIVERSITE DE GRENOBLE 1  
INSTITUT DE GEOLOGIE  
DOCUMENTATION  
RUE MAURICE GIGNOUX  
E 38031 GRENOBLE CEDEX  
TEL. (76) 87.46.43

**L'ANALYSE IN-SITU PAR FLUORESCENCE X :**

**UNE METHODE ADAPTEE A L'ESTIMATION DE  
MINERALISATIONS EN PLACE.**

**Application aux minéralisations zincifères**

*N*

Soutenue le 20 Juin 1985 devant la Commission d'Examen :

M. P. GIRAUD	Professeur, USMG	Président
M. J. AMOSSE	Chargé de recherche CNRS	Directeur de thèse
M. M. PIBOULE	Professeur, USMG	Rapporteur
M. J.P. ROLLEY	Professeur, ENSTIMA	Rapporteur
M. H.DABROWSKI	Maître-Assistant, USMG	Examineur
M. P. GAUDON	Ingénieur, ENSTIMA	Examineur
M. P.DANIELLOU	Ingénieur, S.M.M. PENARROYA	Invité



ECOLE NATIONALE SUPERIEURE  
DES TECHNIQUES INDUSTRIELLES  
ET DES MINES D'ALES  
( E.N.S.T.I.M.A )

UNIVERSITE SCIENTIFIQUE ET  
MEDICALE DE GRENOBLE I  
( U.S.M.G )

## THESE

présentée pour obtenir le grade de :  
Docteur de l'Université Scientifique et Médicale de Grenoble I

Spécialité : GEOLOGIE APPLIQUEE

par

Olivier ETERADOSSI

4 SEP. 1985

UNIVERSITE DE GRENOBLE 1  
INSTITUT DE GEOLOGIE  
**DOCUMENTATION**  
RUE MAURICE GIGNOUX  
F 38031 GRENOBLE CEDEX  
TEL. (76) 87.46.43

**L'ANALYSE IN-SITU PAR FLUORESCENCE X :**

**UNE METHODE ADAPTEE A L'ESTIMATION DE  
MINERALISATIONS EN PLACE.**

**Application aux minéralisations zincifères**

Soutenue le 20 Juin 1985 devant la Commission d'Examen :

M. P. GIRAUD	Professeur, USMG	Président
M. J. AMOSSE	Chargé de recherche CNRS	Directeur de thèse
M. M. PIBOULE	Professeur, USMG	Rapporteur
M. J.P. ROLLEY	Professeur, ENSTIMA	Rapporteur
M. H.DABROWSKI	Maître-Assistant, USMG	Examineur
M. P. GAUDON	Ingénieur, ENSTIMA	Examineur
M. P.DANIELLOU	Ingénieur, S.M.M. PENARROYA	Invité

10104895

*Au terme de ces deux années passées en Cévennes, je voudrais remercier ici toutes les personnes qui, par leur aide financière, professionnelle ou morale, ont permis la réalisation de ce travail.*

*Grâce à elles de nouveaux horizons professionnels et de nouvelles amitiés se sont ouverts à moi.*

*Hélas, si je veux conserver quelques pages pour exposer les résultats de cette étude, il me faut renoncer à les citer toutes personnellement ! J'espère qu'elles se reconnaîtront dans les quelques lignes qui suivent...*

*C'est à la Direction de l'Ecole des Mines d'Alès que je dois d'avoir pu me consacrer totalement à mon travail, sans aucune préoccupation financière. Et merci aussi à tous ceux qui ont répondu à mes demandes bizarroïdes dans tous les laboratoires de l'école : ce travail est aussi le leur. Inutile de détailler ce qu'il doit aussi à Mr ROLLEY, précurseur à Alès, contre vents et marées, de ce type de mesures.*

*A la mine des Malines, j'ai non seulement passé 7 mois de ces deux ans, et appris la réalité des problèmes de l'exploitation, mais aussi mesuré combien il est stupide de considérer le milieu des mineurs comme un milieu frustré, voire peu évolué. Tous, du directeur Mr GALLEY au dernier des mineurs d'ESPERANCE, sans oublier Mr VIX et son enthousiasme jamais pris en défaut, m'ont accueilli avec tout d'abord la bienveillance réservée au "petit jeune qui ne sait pas", puis avec amitié et dévouement. P. DANIELLOU était au départ l'ingénieur qui a suivi ce travail. J'ai la chance que ce soit maintenant un ami.*

*Devenu directeur de la mine de Saint-Salvy, Mr VIX m'y a accueilli quelques jours, le temps de quelques essais. Malgré ses préoccupations et son emploi du temps très chargé, il a toujours été possible de forcer la porte de son bureau et de discuter de l'avancement des travaux.*

*Sur les sites, prospectés par le B.R.G.M, de "Nord-Alès" et de Chessy, les géologues et les prospecteurs furent, parfois très disponibles, toujours amicaux et intéressés. Mr COUMOUL, de la DSO-Cévennes m'a accordé son temps pour de longues discussions, et a suivi de très près les premières mesures sur front de taille à Nord-Alès.*

*Enfin, mes premiers pas dans le domaine truffé de chausse-trappes qu'est la géostatistique nécessitaient un guide sûr, patient et éclairé : C. KAVOURINOS sait ce que je lui dois... et vraiment, quelle patience !*

*Le remerciement ultime revient aux "autres" : parents, amis ou connaissances, qui, s'ils n'apportent rien au travail lui-même, font qu'il se réalise, par leur sourire ou leur confiance quand on doute soi-même du résultat. Et merci surtout à celle qui fait que tout a commencé, en Juin 1983... merci Marie-Lau.*



## TABLE DES MATIERES

### - INTRODUCTION ET DEFINITION DES OBJECTIFS p. 5

### - 1ère Partie : INSTRUMENTATION

Résumé	p. 9
1 - Principe général de fonctionnement	p. 11
2 - Appareillage utilisé : Spectromètre NE 5017	p. 14
1 - Excitation	p. 14
2 - Sélection de la raie	p. 17
3 - Traitement du signal	p. 18
4 - Expression des résultats	p. 23
5 - Etalonnages	p. 24
5.1 - Méthode classique	p. 24
5.2 - Méthodes à 2 paramètres	p. 27
6 - Conclusions	p. 36
3 - Conclusion	p. 38

### - 2ème Partie : APPLICATIONS DE CONTROLE

Résumé	p. 41
1 - Mesures sur poudres et débris de foration	p. 43
2 - Mesures sur boues de foration	p. 49
1 - Caractéristiques des boues	p. 49
2 - Résultats analytiques	p. 53
3 - Sondages carottés	p. 58
1 - Principe	p. 58
2 - Résultats	p. 61
2.1 - Zinc en présence de fer	p. 61
2.2 - Zinc en présence de cuivre	p. 65
3 - Conclusion	p. 68

4 - Carrière des Arboussets ; Nord-Alès	p. 74
1 - Situation	p. 74
2 - Evaluation classique	p. 76
3 - Utilisation du NE 5017	p. 76
4 - Résultats	p. 77
5 - Moyenne des mesures effectuées	p. 81
6 - Conclusion	p. 83
5 - Conclusion à l'aspect analytique	p. 84
<b>- 3ème Partie : EVALUATION DE VOLEES EN PLACE AVANT ABATTAGE. APPLICATION A LA MINE DES MALINES (SMMP), QUARTIER D'ESPERANCE.</b>	
Résumé	p. 87
1 - Introduction	p. 89
2 - Le quartier d'ESPERANCE	p. 91
1 - Structure du quartier	p. 91
2 - Minéralisations	p. 94
2.1 - Au contact du Trias	p. 94
2.2 - Dans le socle	p. 94
3 - Conséquences sur l'étude	p. 97
3 - Organisation de l'étude	p. 98
4 - Analyse structurale	p. 99
1 - Information disponible	p. 99
1.1 - Sondages carottés	p. 99
1.2 - Mesures ponctuelles en XRF	p. 99
1.3 - Boues de foration	p.102
2 - Variogramme des sondages	p.102
3 - Variogramme des mesures XRF	p.104
4 - Variogramme des boues de foration	p.108
5 - Conclusion	p.108
5 - Expérience d'échantillonnages comparés	p.109
1 - Description des fronts	p.109
2 - Analyses XRF sur fronts	p.109
3 - Analyses sur boues de foration	p.110
4 - Production des volées	p.111
5 - Echantillonnage en laverie	p.111

6 - Analyse des résultats expérimentaux	p.113
1 - Boues dites "classiques"	p.113
2 - Mesures de surface en XRF	p.113
3 - Estimation par analyse des boues	p.114
4 - Conclusion	p.120
- CONCLUSIONS GENERALES	p.121
- BIBLIOGRAPHIE	p.129
- ANNEXES	p.135
1 - Rappels théoriques sur la fluorescence X	
2 - Etalonnage par la méthode "ABAQUE"	
3 - Analyses sur "cuttings" ; Nord-Alès	
4 - Analyses sur boues de foration	
5 - Aperçu sur la géostatistique	
6 - Estimation de la teneur de volées en place	
7 - Article à paraître dans l'"Industrie Minérale"	



## INTRODUCTION ET DEFINITION DES OBJECTIFS

Ce travail s'inscrit dans une série de recherches menées à l'Ecole des Mines d'Alès en vue de l'amélioration de la rentabilité des exploitations minières. Il est destiné à élaborer une méthodologie originale d'acquisition des données nécessaires à l'estimation de la teneur de volumes en place. L'étude géostatistique complémentaire fait l'objet de la thèse d'ingénieur-docteur de C. KAVOURINOS (en préparation).

L'extension des résultats obtenus à d'autres métaux est en cours et fera l'objet du doctorat de P. GRISOUL.

Réalisé dans le cadre du contrat MIR n° 83 E 1077 de l'action VRSS ayant pour objet l'amélioration de la sélectivité des méthodes d'exploitation minière, il associe l'Ecole Nationale Supérieure des Techniques Industrielles et des Mines d'Alès et la société PENARROYA, représentée par sa mine des Malines (Gard, France).

Son objectif est de démontrer les possibilités offertes par l'utilisation d'un spectromètre de fluorescence X portable lors de :

1- La définition de la géométrie d'une minéralisation en place et son suivi dans une mine en exploitation.

2- La quantification du contenu d'une volée (volume unitaire d'exploitation) avant abattage.

Ces deux aspects sont indispensables à l'obtention d'une image réaliste et fiable d'un volume minéralisé et de la fluctuation des teneurs au sein de la minéralisation.

Cette démarche apparaît nécessaire si l'on souhaite affiner ou adapter la méthode d'exploitation et son exécution à la structure locale de la minéralisation (adaptation de la taille des galeries aux volumes minéralisés, abattage sélectif ou non, évaluation et orientation des quantités à abattre... )

En fait, il s'agit de tenter de résoudre un problème essentiel de toute exploitation minière : la connaissance "physique" du minerai en place à l'échelle d'une unité d'exploitation quotidienne, et cela aussi bien pour obtenir une meilleure rentabilité que pour utiliser au mieux les réserves, en limitant au maximum la dilution ou l'abandon de minerai.



Or si en général les études géologiques et de faisabilité donnent une solide connaissance de l'ensemble d'un gisement permettant de mener une politique d'exploitation à long terme, il n'en est pas de même au niveau très local de l'avancement d'une galerie au jour le jour.

Pourtant c'est à ce niveau de l'exploitation que se crée la qualité du minerai : si la minéralisation est localement bien délimitée, sa géométrie reconnue et sa teneur estimée, on est en mesure (abstraction faite des problèmes de tir, de déblocage, etc...) :

1 - de mieux orienter chaque volée (selon que sa teneur est supérieure ou inférieure à une teneur de coupure à définir par ailleurs)

2 - de séparer éventuellement zones riches et zones pauvres au sein d'une même volée, lors du tir : c'est la sélectivité à l'abattage.

Cette idée de reconnaissance de la minéralisation au moment même de la mise en exploitation d'un volume donné requiert, pour ne pas perturber le cycle de production, une grande rapidité. Or la bonne connaissance de la fluctuation des teneurs au sein de ce volume implique la multiplication des analyses. Si ces analyses sont réalisées par voie chimique au laboratoire, ce dernier est rapidement saturé.

L'analyse par fluorescence X (par la suite désignée par le sigle "XRF" : X Ray Fluorescence) répond à cette exigence de rapidité. De plus, depuis une quinzaine d'années, des appareils portables de quelques kilogrammes, utilisant des radiosources de petite taille, sont disponibles et permettent d'effectuer en principe des analyses in-situ.

Mais dispose-t-on d'une méthodologie adaptée à ce type d'analyses ? La fluorescence X, qui donne de très bons résultats sur des spectromètres lourds de laboratoire, ne peut en principe pas s'accomoder de conditions expérimentales fluctuantes. Elle nécessite une rigueur de préparation des échantillons incompatible avec la notion d'analyse de terrain. Les appareils portables, eux-mêmes simplifiés par rapport aux spectromètres de laboratoire, sont-ils adaptés ou adaptables à ce genre d'utilisation ?

Pour essayer de répondre à ces questions qui concernent aussi bien la méthodologie d'analyse que l'interprétation géologique des données recueillies, nous avons scindé ce travail en deux parties :

La première concerne la recherche d'un outil analytique le plus fiable possible ainsi que d'une méthode de mesure reproductible sur les différents supports susceptibles d'être rencontrés en mine : débris de foration ("cuttings"), boues, carottes de sondage et roches brutes (échantillons non préparés).

Pour la clarté de l'exposé, seuls les principaux résultats sont exposés. Les chiffres et les méthodes permettant de les obtenir sont présentés en annexe.

La seconde partie concerne l'application de cette démarche à des analyses effectuées en mine dans des optiques diverses : reconnaissance, estimation... Les résultats sont exposés plus largement car ils représentent un contrôle des hypothèses émises et une ébauche de mise en oeuvre industrielle de l'étude théorique qui précède. Au cours de ces essais, les différents supports décrits précédemment ont été envisagés, sur divers sites et dans divers environnements :

- poudres et débris de foration (sondages du prospect de Nord-Alès) ;
- boues hétérométriques (mine des Malines) ;
- sondages carottés sciés (Malines, Nord-Alès, Chessy) ;
- front de carrière (Nord-Alès) ;
- front de taille en mine souterraine (mine des Malines)

Pour des raisons liées principalement à l'économie minière régionale, c'est le Zinc qui a été choisi comme support de l'étude. L'examen d'une carte des bordures vivaro-cévenole et languedocienne du Massif Central révèle l'intense activité minière actuelle (Les Malines, Saint-Salvy), récente (Largentièrre) ou passée (La Croix de Pallières, Durfort, Villemagne, Peyrebrune, La Loubatière) de cette région. Divers types de minéralisations ont fait l'objet d'essais :

- minerai sulfuré fissural en environnement carbonaté (mine des Malines)
- minerai sulfuré filonien en environnement siliceux (mine de Saint-Salvy)



- minéral oxydé diffus en milieu carbonaté altéré et ferrifère (prospect de Nord-Alès)
- minéral polymétallique sulfuré massif en milieu silicaté et métamorphique (Chessy)

Dans ce second volet du rapport, on développe plus particulièrement l'étude réalisée à la mine des Malines, où un examen à petite échelle de la minéralisation en place au moyen d'analyses in-situ permet de compléter une analyse géostatistique nécessaire à l'estimation de la teneur d'une volée avant abattage.

Au total, c'est plus de 4500 analyses qui ont été réalisées, dont environ 1000 ont fait l'objet d'un contrôle par voie chimique.

D'ores et déjà, les résultats obtenus ont paru suffisamment intéressants pour faire l'objet d'une communication au Congrès de l'Industrie Minérale et pour que d'autres actions soient engagées. Les développements envisagés concernent le dosage du fer et du tungstène.

## 1ère PARTIE

### INSTRUMENTATION

#### Résumé :

Dans cette première partie, après une description de l'appareillage utilisé et des contraintes d'étalonnage imposées par l'utilisation originale à laquelle on le destine, on passe en revue les différentes méthodes d'étalonnage possibles.

Après avoir réfuté la méthode "classique" intensité brute/teneur, inadéquate ici, on propose deux méthodes originales :

- l'une est destinée à l'élimination de l'influence des facteurs physiques (densité, granulométrie, humidité) sur la mesure, et exploite les possibilités intrinsèques de l'appareil ;

- l'autre est destinée à la prise en compte des effets de matrice et résulte d'un calcul sur modèle mathématique des phénomènes de fluorescence. Celui-ci est réalisé par un programme conçu spécialement durant ce travail afin de mieux appréhender le mode de fonctionnement du spectromètre utilisé.

Enfin on dresse la liste des expériences nécessaires au contrôle de la validité de ces méthodes d'étalonnage.



## 1 - PRINCIPE GENERAL DE FONCTIONNEMENT DES APPAREILS.

On trouvera en annexe I un bref rappel de la théorie de la fluorescence X. On se bornera ici à un résumé du principe de cette méthode d'analyse.

A quelques détails près, tous les spectromètres portables utilisent le même principe de base, qui est aussi celui des spectromètres de laboratoire :

L'énergie nécessaire à l'excitation des atomes est fournie par une source radioisotopique ou un tube à RX miniature.

Le retour à l'état initial des atomes ionisés provoque l'émission de rayons X d'énergie caractéristique de l'élément dont ils sont issus (figure 1 et tableau 1, annexe I).

Ces rayons sont affectés, au cours de leur trajet vers le détecteur, par des effets interéléments qui en modifient l'intensité (absorption, renforcement). D'autres effets perturbateurs du rayonnement initial revêtent une grande importance tant au laboratoire que lors de mesures in-situ : "effet granulométrique", "effet minéralogique", ... Ces effets, regroupés sous le terme général d'effets de matrice, doivent être modélisés et pris en compte de manière à affiner la qualité des analyses.

C'est au niveau de la détection des rayonnements émis que les différences apparaissent entre les divers types de spectromètres : deux groupes peuvent être distingués, d'après la manière dont ils perçoivent le spectre des RX issus de l'échantillon.

1 - Les spectromètres de première génération sont dits "non dispersifs" (désignés par le sigle NDXRF), ce qui signifie qu'ils ne peuvent pas séparer les énergies reçues afin de recomposer un spectre. Il faut donc adjoindre à de tels systèmes une fenêtre de comptage créée mécaniquement (filtres de ROSS) ou électroniquement (P. H. A : pulse height analyser, c'est à dire un analyseur mono-canal).

Ces appareils utilisent la méthode des filtres de ROSS, décrite au chapitre suivant. Un tel compteur ne "voit" donc jamais un spectre mais autant de pics "factices" qu'il possède de paires de filtres. Chaque pic observé ne correspond pas à un seul rayonnement mais à la somme des rayonnements passant entre les filtres.



On en a l'illustration en comparant les figures 4 (position des divers pics réels, obtenus sans filtres) et 6 (comportement des divers éléments lorsqu'on utilise les filtres : on observe un "pic" du fer dans une zone où on ne devrait pas en rencontrer).

Les précurseurs de cette famille d'appareils sont le PIF Analyser de Hilger and Watts Ltd (1965) et le Mineral Analyser d'Ekco Electronics (1968). L'appareil utilisé dans cette étude, le NE 5017 de Nuclear Enterprises Ltd est d'ailleurs très proche de ce dernier.

Il existe dans ce groupe d'appareils des modèles très performants, automatisés, comportant jusqu'à six paires de filtres et plusieurs sources, le tout piloté par un programme implanté sur calculatrice de bureau programmable : c'est le cas de l'appareil Asoma (Lindqvist Mines) utilisable uniquement en laboratoire à cause de son enceinte à échantillon fermée.

2 - Les spectromètres de seconde génération bénéficient des progrès accomplis dans le domaine des détecteurs grâce à l'utilisation des semi-conducteurs et des microprocesseurs. Ces appareils sont dits à "dispersion d'énergie" (désignés par le sigle EDXRF).

La dispersion des énergies est assurée par une diode semi-conductrice travaillant soit à température ambiante (détecteur au silicium implanté et passivé), soit à la température de l'azote liquide (détecteur Si(Li) ou Ge(HP)). Le spectre est créé par stockage des impulsions dans un analyseur multi-canal en fonction de l'énergie des impulsions. On dispose donc, dans ce cas, d'un véritable spectre susceptible d'être dépouillé de manière automatique. Ceci est réalisé par un microprocesseur dans lequel sont implantés un ou plusieurs programmes d'étalonnage.

Cette technologie de pointe fait de ces appareils des analyseurs tout à fait remarquables au laboratoire. Cependant ils sont pénalisés sur le terrain par la nécessité de refroidir le détecteur : l'augmentation de la sensibilité et la stabilisation des comptages à basse température permettent d'améliorer la définition du spectre et le seuil de détection des éléments à doser.

La société ENERTEC (groupe Schlumberger) vient de commercialiser, sous licence du BRGM, un spectromètre de cette génération : il s'agit de l'analyseur SYRANO, qui peut contenir simultanément quatre programmes d'analyse de six éléments chacun. La calibration est automatique et l'analyse est obtenue par simple pression d'une seule touche. La tête de mesure est munie d'un détecteur au silicium dont la température est maintenue à 14°C à l'aide d'un élément Peltier. L'utilisateur n'a pas de moyen d'action sur l'étalonnage qui est réalisé à la demande au BRGM.



## 2 - L'APPAREIL NON DISPERSIF : NE 5017 DE NUCLEAR ENTREPRISES

L'appareil utilisé dans cette étude est produit depuis 1977 par la firme écossaise Nuclear Enterprises Ltd (groupe EMI). La notice d'utilisation le présente comme conçu pour des applications "industrielles, minières et métallurgiques". Il s'agit essentiellement d'analyses :

- d'alliages ;
- de scories et de laitiers ;
- de boues, de débris de foration, etc... dans les échantillons miniers ;
- de solutions électrolytiques.

Une mesure s'effectue en 20 secondes par élément dosé, et affecte une surface de 1 cm<sup>2</sup>.

De plus, il a été utilisé pour le suivi de laverie, ainsi que pour des mesures d'épaisseur de certains revêtements (étamages, peintures au plomb) par les services américains de contrôle des normes.

A notre connaissance, une seule mine française l'utilise actuellement en routine : il s'agit de la société des Barytines de Chaillac.

Ce spectromètre se compose d'un ensemble source détecteur regroupés sous forme d'un pistolet (figure 2), et d'une baie de comptage portative (figure 1). On dispose ainsi d'un appareil aisément transportable (5 kg).

Les paragraphes suivants détaillent les conditions dans lesquelles les étapes décrites au chapitre précédent sont réalisées.

### 1- Excitation

L'appareil est susceptible de recevoir les sources décrites par les tableaux 2 et 3 de l'annexe I, et jusqu'à trois paires de filtres.

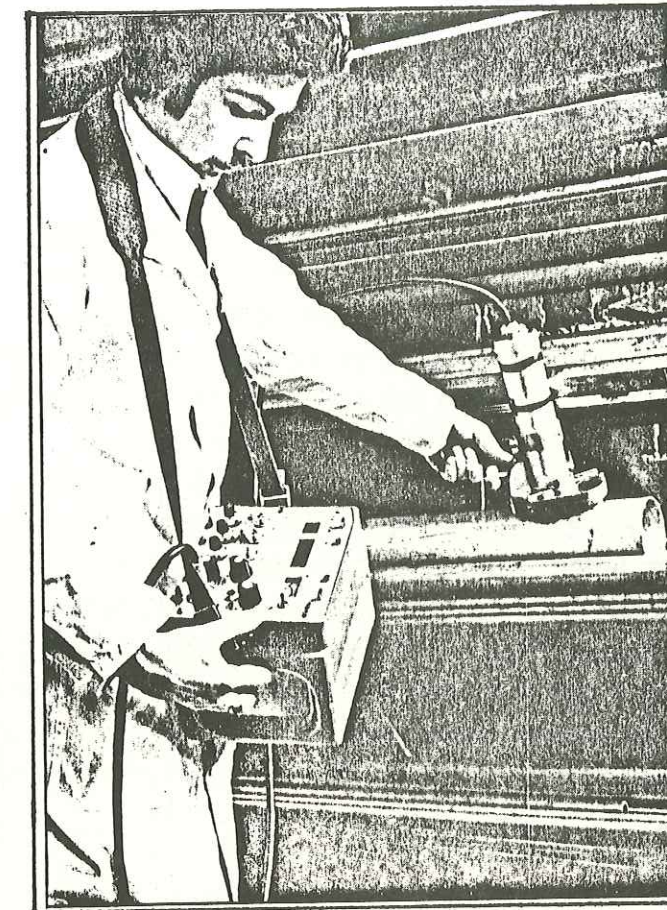


Figure 1  
Spectromètre Nuclear Enterprises NE 5017

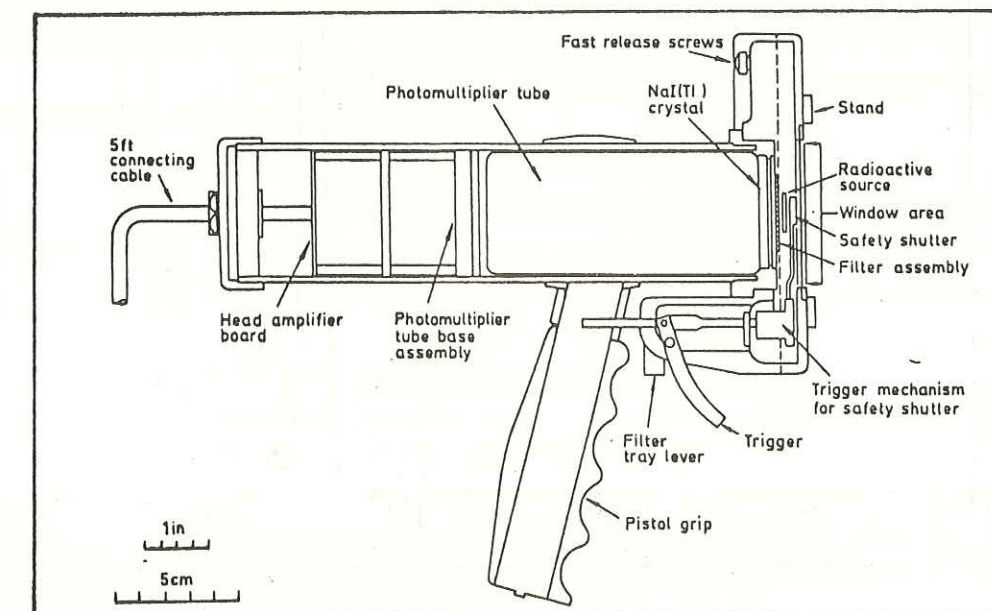


Figure 2  
Schéma éclaté de la tête de mesure  
du spectromètre NE 5017. D'après GALLAGHER [10]



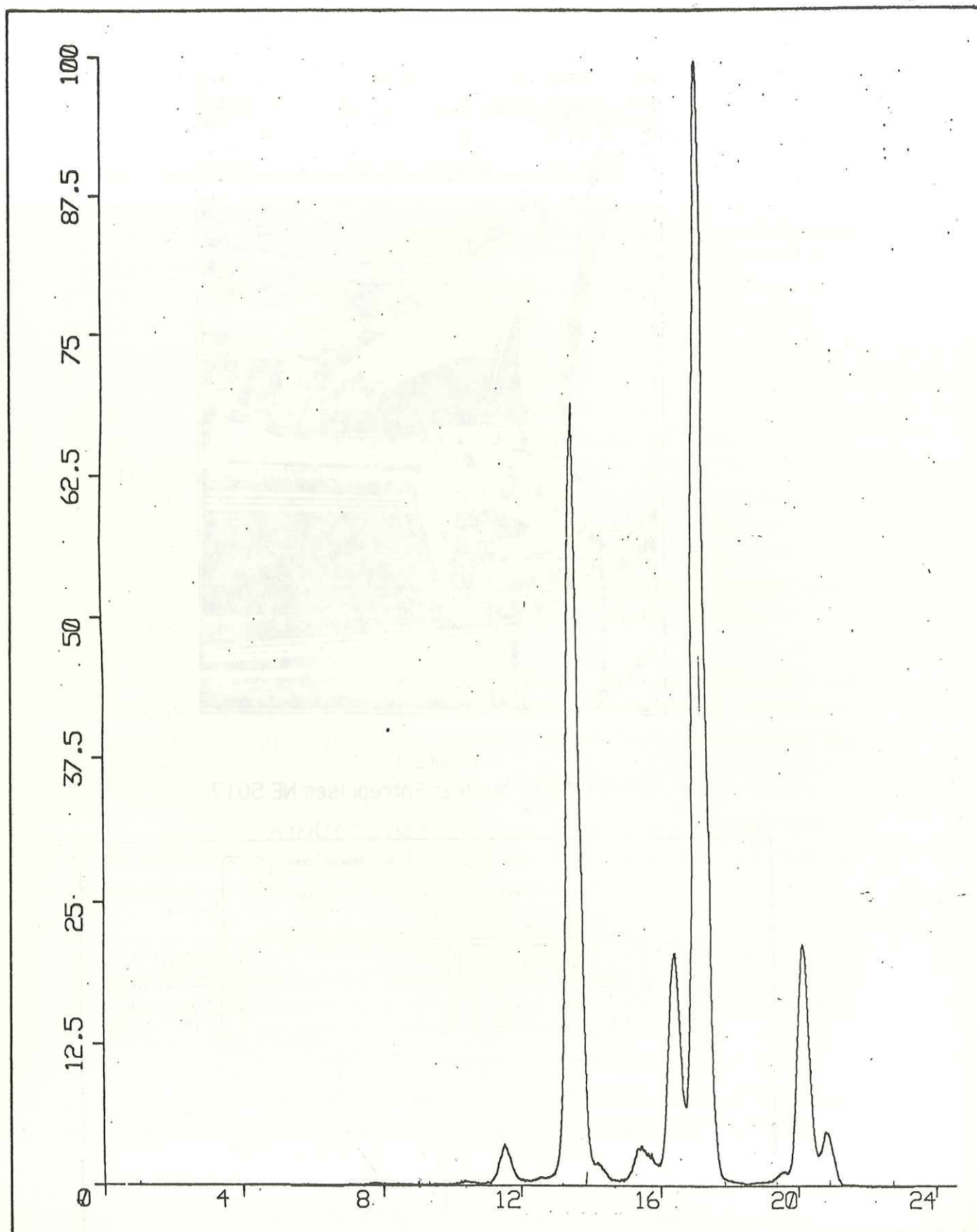


Figure 3  
Spectre de la source  $^{238}\text{Pu}$  utilisée.  
Les intensités sont des intensités relatives.  
(Document fourni par AMERSHAM France)

Au cours de cette étude, nous l'avons utilisé comme analyseur monoélémentaire, muni d'une source discoïde (figure 4, annexe I) de  $^{238}\text{Pu}$ , d'activité 30 mCi. Le spectre de cette source est donné par la figure 3. Les raies émises sont les raies L alpha de l'uranium.

## 2 - Sélection de la raie

L'appareil appartenant au type non-dispersif, on doit le doter d'une fenêtre dans laquelle se fera le comptage. Sur le modèle utilisé, on opère une double sélection des énergies.

Une première sélection, réalisée au niveau de la sonde, permet de créer une fenêtre à l'aide de filtres ajustés selon la méthode de ROSS (1926). L'auteur les décrit lui-même comme "2 films de métaux occupant des positions adjacentes dans le tableau périodique, ajustés en épaisseur de telle manière que leurs courbes d'absorption coïncident, sauf entre les deux limites d'absorption K. La différence entre les mesures effectuées avec chacun des filtres donne l'intensité totale de la radiation située entre ces limites." (cf. figure 5).

La raie K alpha du zinc (numéro atomique 30) a une énergie de 8.63 keV. La paire de filtres utilisée se compose donc :

- d'un filtre en Nickel (numéro atomique 28, discontinuité d'absorption 8.33 keV)
- d'un filtre en Cuivre (numéro atomique 29, discontinuité d'absorption 8.98 keV)

Le rapport de leurs épaisseurs est donné par la relation d'absorption

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu \rho x}$$

$\mu$  = coefficient d'absorption massique

$\rho$  = masse molaire

$x$  = épaisseur de l'absorbant

appliquée à chaque filtre. Il en découle que :

$$\frac{x_{\text{Ni}}}{x_{\text{Cu}}} = \frac{\mu_{\text{Cu}} \cdot \rho_{\text{Cu}}}{\mu_{\text{Ni}} \cdot \rho_{\text{Ni}}} = 1.15$$



Dans ces conditions optimales, l'intensité à l'extérieur des discontinuités K serait nulle, et on détecterait, à l'intérieur de ces limites, les raies :

- L alpha du tungstène

- L beta de l'ytterbium

- L gamma 1 du dysprosium

- L beta 1 du lutetium

- L gamma 1 du holmium

- K beta du cuivre

- L alpha 1 de l'osmium

Si la plupart de ces éléments (appartenant au groupe des terres rares) n'ont qu'une incidence très faible ou nulle sur le dosage du zinc, ce n'est pas le cas du tungstène, et surtout du cuivre, que l'on trouve associé au zinc dans les gites polymétalliques (Chessy, 2ème partie, chapitre 3). Les figures 4 et 6 montrent la superposition totale des signaux du zinc et du cuivre, due à la faible résolution du compteur installé sur le NE 5017.

### 3 - Traitement du signal

Un compteur à scintillation EMI ( de définition mesurée 70 %), associé à un cristal de NaI(Tl) permet de convertir en impulsions électriques comptabilisables les photons X émis par l'échantillon.

Une baie de comptage permet de discriminer les impulsions en fonction de leur énergie et opère une nouvelle sélection : c'est la technique de "pulse height selection" utilisée aussi sur les spectromètres de laboratoire. Cette méthode nécessite le réglage de quatre paramètres :

- fenêtre

- seuil

- gain

- haute-tension

L'ensemble impose un seuil et un plafond de détection. Le réglage nécessite le tracé de courbes  $I = f(\text{seuil})$  à tension et fenêtre fixées.

Les courbes obtenues fournissent, avec une précision d'autant meilleure que la fenêtre choisie est fine, la forme et la position du pic. On détermine alors, pour la tension utilisée, le seuil et la fenêtre nécessaires pour obtenir une zone de comptage centrée sur le sommet du pic.

En pratique, la haute-tension optimale varie peu en fonction des autres paramètres. Pour le zinc, elle vaut  $700 \text{ V} \pm 25 \text{ V}$ .

A priori, si les filtres décrits au paragraphe précédent étaient réellement d'épaisseur conforme au calcul de la page 16, l'usage conjoint de ceux-ci et du P. H. A. serait inutile, sinon pour déplacer le pic enregistré dans la zone de fonctionnement optimal du compteur. En réalité, les filtres ne sont pas très bien ajustés, et le P. H. A. permet de minimiser les signaux dus aux éléments non dosés (fer, plomb...).

La figure 4 montre, pour une tension de 690 V et sans filtres, la façon dont le compteur équipé du P. H. A. enregistre les réponses des différents éléments susceptibles d'être rencontrés (courbes réalisées à partir d'échantillons de métaux purs) et de quelques éléments légers courants dans les minéraux de la matrice.

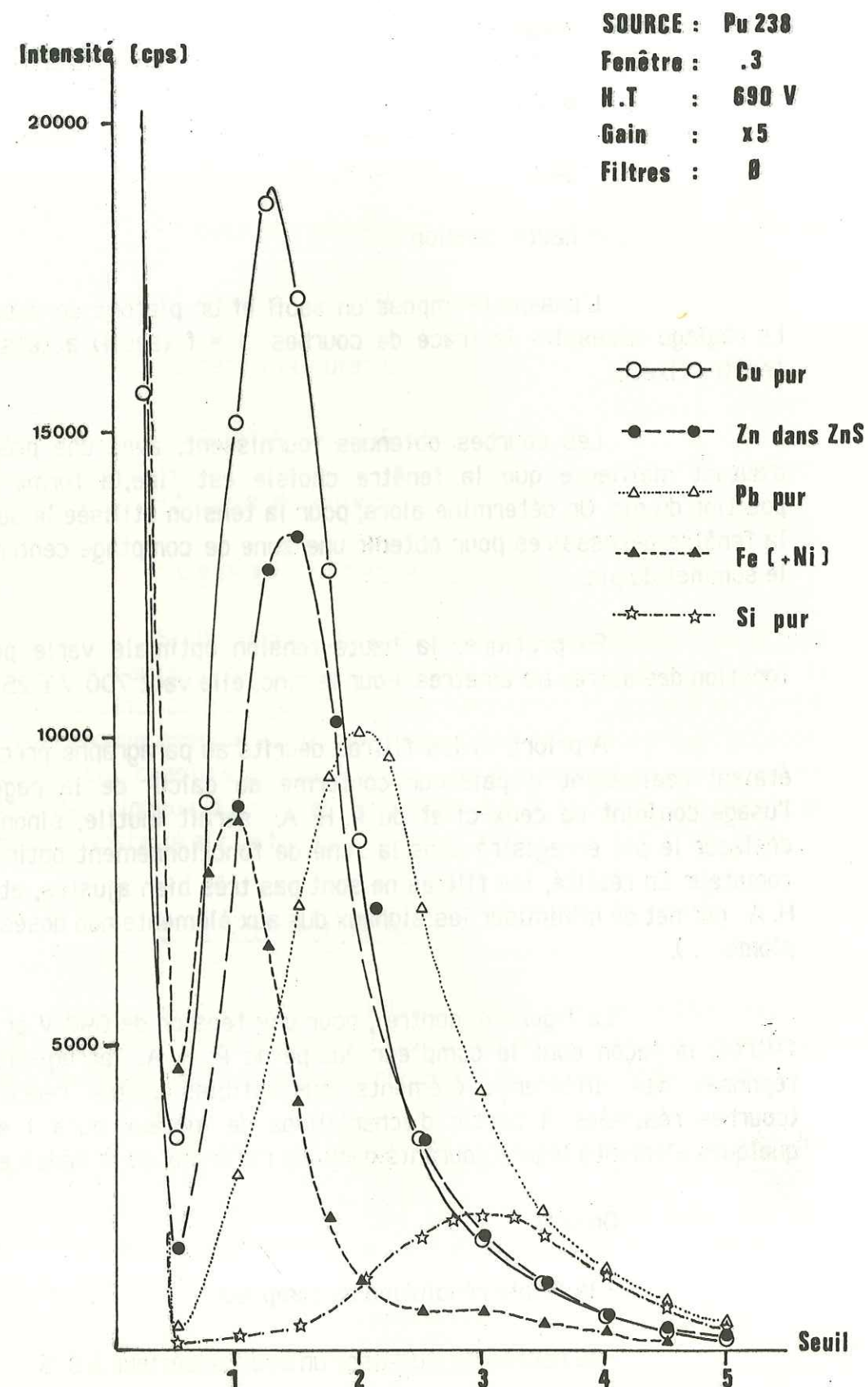
On note :

- la faible résolution du compteur

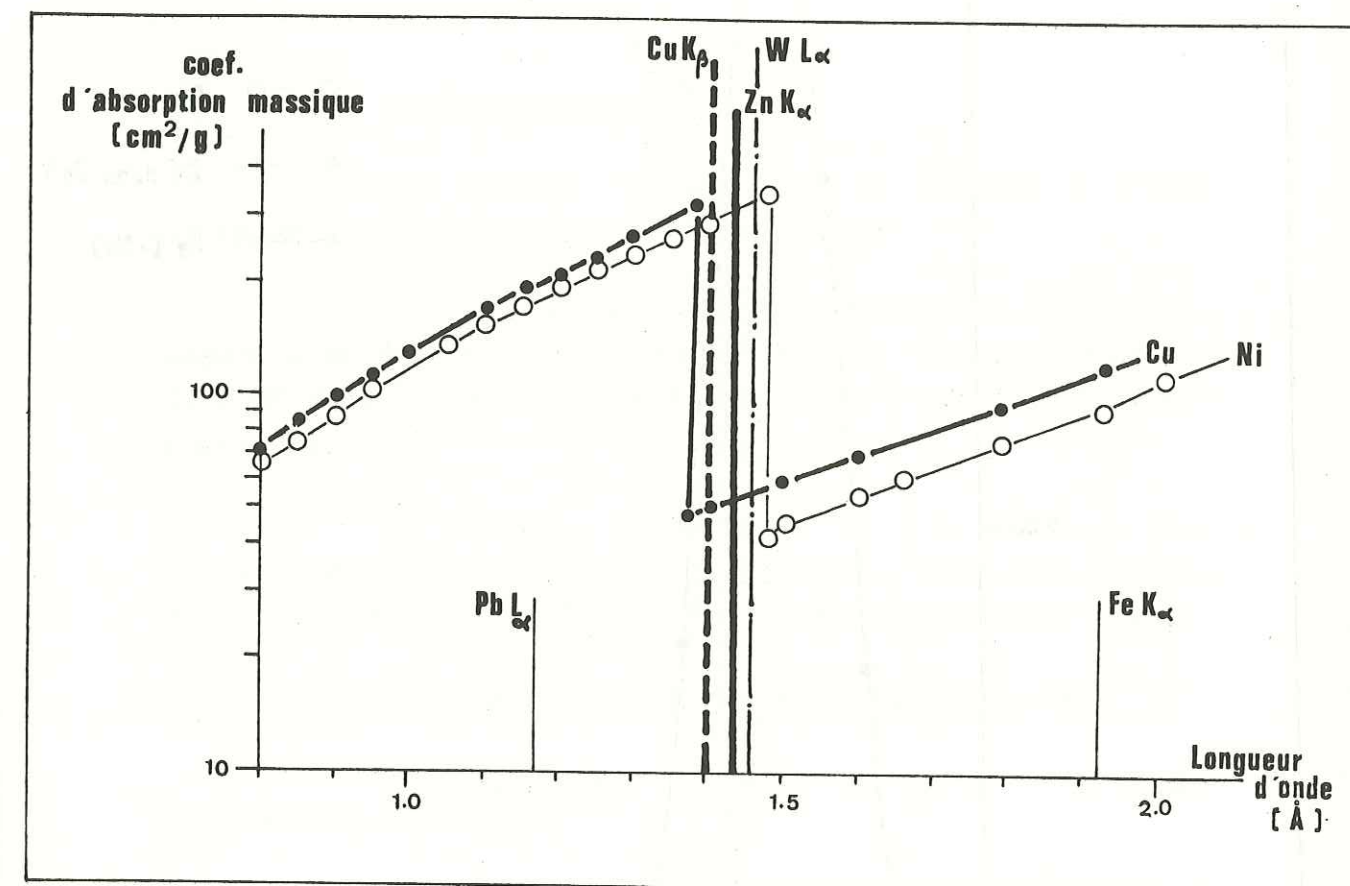
- la nécessité d'utiliser un seuil supérieur à 0.5

- le centrage du pic du zinc sur un seuil de 1.35 pour lequel les intensités des éléments légers, du plomb et du fer sont minimales.





**Figure 4**  
 Spectres de quelques corps purs détectés par le spectromètre NE 5017. Intensités brutes mesurées sans filtres.



**Figure 5**  
 Relations d'absorption théoriques entre les filtres Cu, Ni et les raies principales intervenant lors du dosage du zinc.

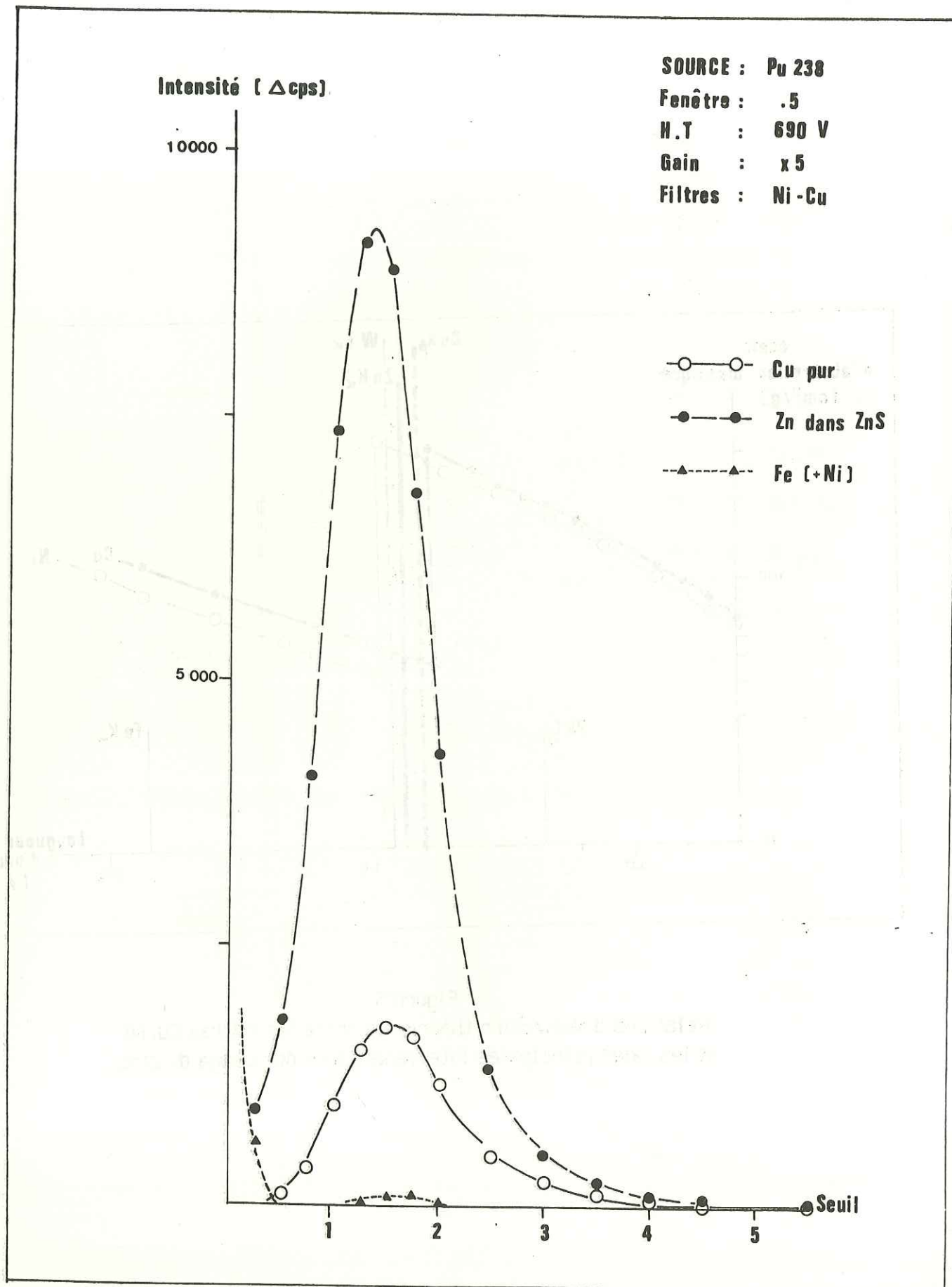


Figure 6

Spectres de Zn, Cu et Fe détectés par le spectromètre NE 5017.  
Intensités obtenues par différence des comptages avec filtres.  
Noter le pic artificiel de l'élément Fe.

- l'impossibilité de discriminer zinc et cuivre.

- la présence d'un pic Compton de la raie à 12 keV de la source, au voisinage de  $s = 3.0$ , qu'il faut éviter d'inclure dans la fenêtre de comptage du zinc.

La figure 6 est réalisée de la même manière mais avec la paire de filtres. On remarque essentiellement le pic "factice" du fer déjà décrit plus haut et l'atténuation du signal du cuivre par rapport à la figure 4.

#### 4 - Expression des résultats

Une mesure réalisée avec un appareil à filtres s'effectue en deux étapes. On obtient dans l'ordre :

1 - Un premier comptage à travers le filtre Cu. On obtient un nombre de coups désigné par la lettre "T" (transmission, ce qui signifie que la radiation  $I_{Zn}$  émise par le zinc a franchi le filtre et a été comptée).

Le comptage T est donc lié à la présence dans l'échantillon, en plus des éléments ayant une raie d'émission comprise entre 8.33 et 8.98 keV, de tout élément du tableau périodique tel que :

$$22 (\text{titane}) \leq Z (\text{numéro atomique}) \leq 92 (\text{uranium})$$

la valeur 22 est liée au type de source utilisé et aux performances du compteur.

2 - Un second comptage au travers du filtre Ni. Ce nouveau nombre de coups est désigné par la lettre "A" (absorption, ce qui signifie que cette fois,  $I_{Zn}$  ne franchit pas le filtre).

Le comptage A traduit donc la fluorescence de la matrice prise dans son ensemble. En pratique, A n'apparaît pas sur le compteur : celui-ci donne successivement T et T-A (désigné par la lettre Δ).



Des définitions de T et A données ci-dessus, il résulte que, dans le cas simple d'un élément fluorescent unique dans une matrice de composition constante, le comptage  $\Delta$  est directement proportionnel à la teneur en élément fluorescent. S'il est envisageable dans le cas des utilisations antérieures de l'appareil (dosages dans alliages, etc...), ce cas simple ne se présente pas lors d'analyses de roches. Pour cette raison, les méthodes d'étalonnage que nous utiliserons vont être particulières au type d'analyses que nous voulons réaliser.

### 5 - Etalonnages de l'appareil

Dans ce qui suit, après avoir souligné la faiblesse de la méthode classique, on proposera deux méthodes originales appliquées à nos préoccupations. Il s'agit :

- de prendre en compte les effets de matrice ;
- de réaliser un étalonnage qui soit aussi peu sensible que possible aux variations physiques du support : humidité, granulométrie, distance source-échantillon.

#### 5.1 - La méthode classique $\Delta = f(\text{teneur})$

Dans l'hypothèse d'une matrice de composition constante et connue, le comptage  $\Delta$  peut être lié directement à la teneur en zinc de l'échantillon.

Malgré l'extrême vulnérabilité de cette hypothèse sur la nature de la matrice, cette méthode a été largement utilisée dans des mines anglaises et américaines, entre autres par GALLAGHER [10].

La figure 7 montre l'aspect d'une telle courbe. Sa forme caractéristique, tendant vers une asymptote horizontale dans le domaine des fortes teneurs, traduit les phénomènes d'auto-absorption et de saturation de l'élément fluorescent (saturation de la capacité de fluorescence des particules de zinc).

D'autres caractéristiques limitent son utilisation, comme le montrent les figures 8, 9, et 10. Elle est sensible :

- aux variations de granulométrie (figure 8). L'intensité mesurée décroît lorsque la granulométrie de l'échantillon augmente.

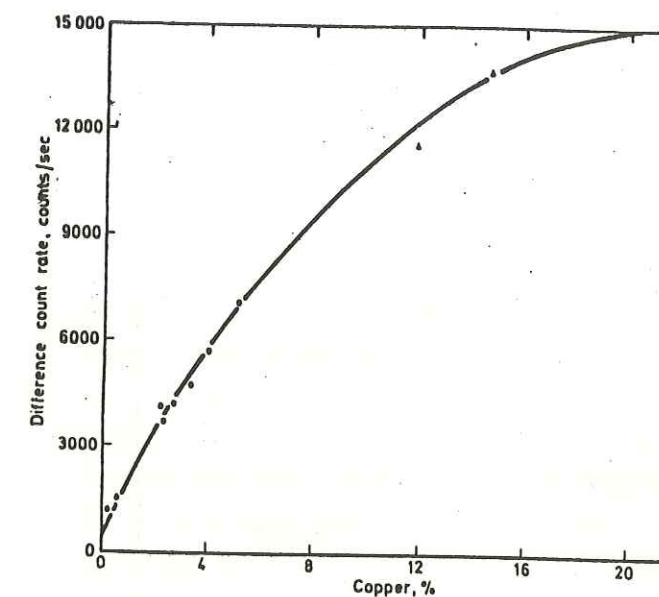


Figure 7

Exemple de courbe  $\Delta = f(\text{teneur})$  :  
minéral de cuivre, mine de Mount Isa, Australie  
D'après SMITH, cité par GALLAGHER [10]

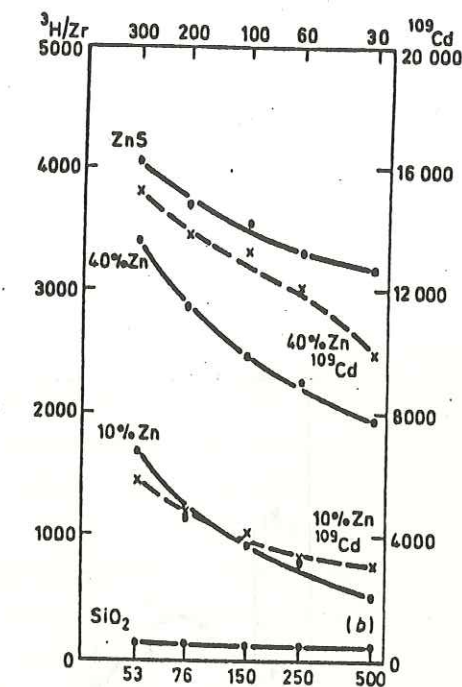


Figure 8

Variation de  $\Delta$  avec la granulométrie. D'après GALLAGHER [10]

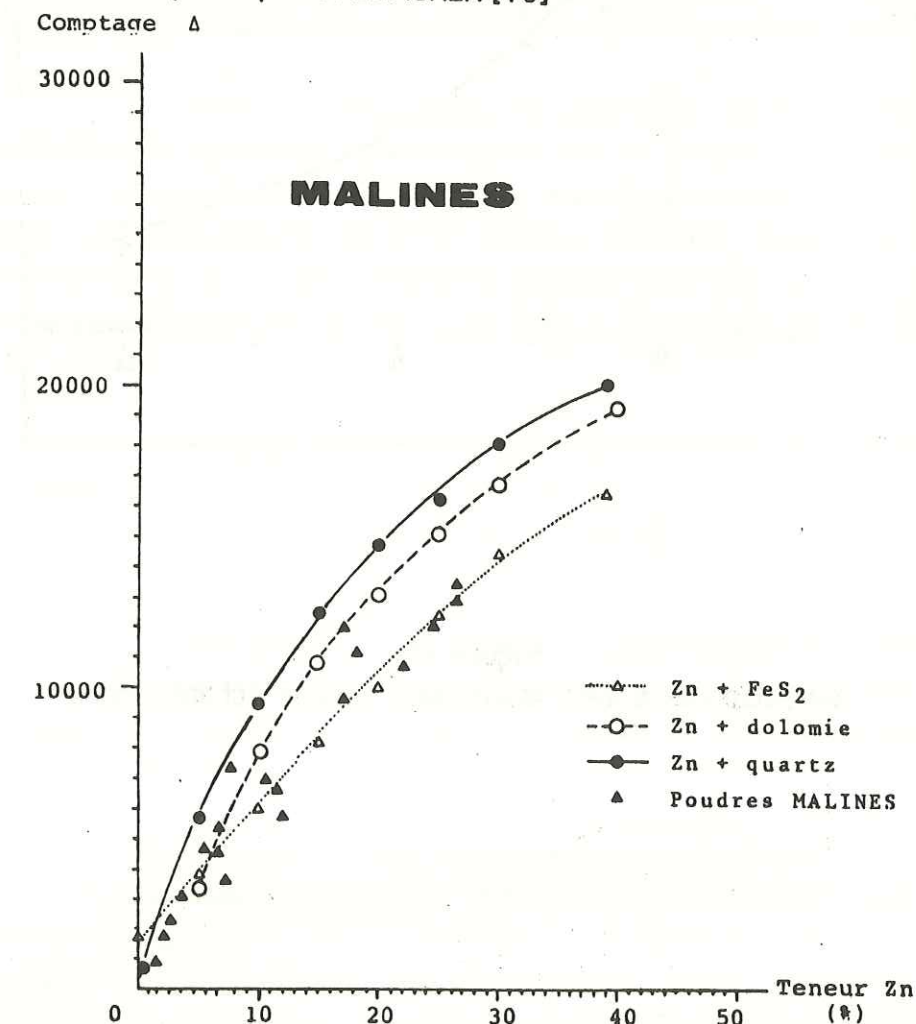


Figure 9

Variation de  $\Delta$  avec la composition de la matrice.  
Exemple du dosage du zinc, mine des Malines.



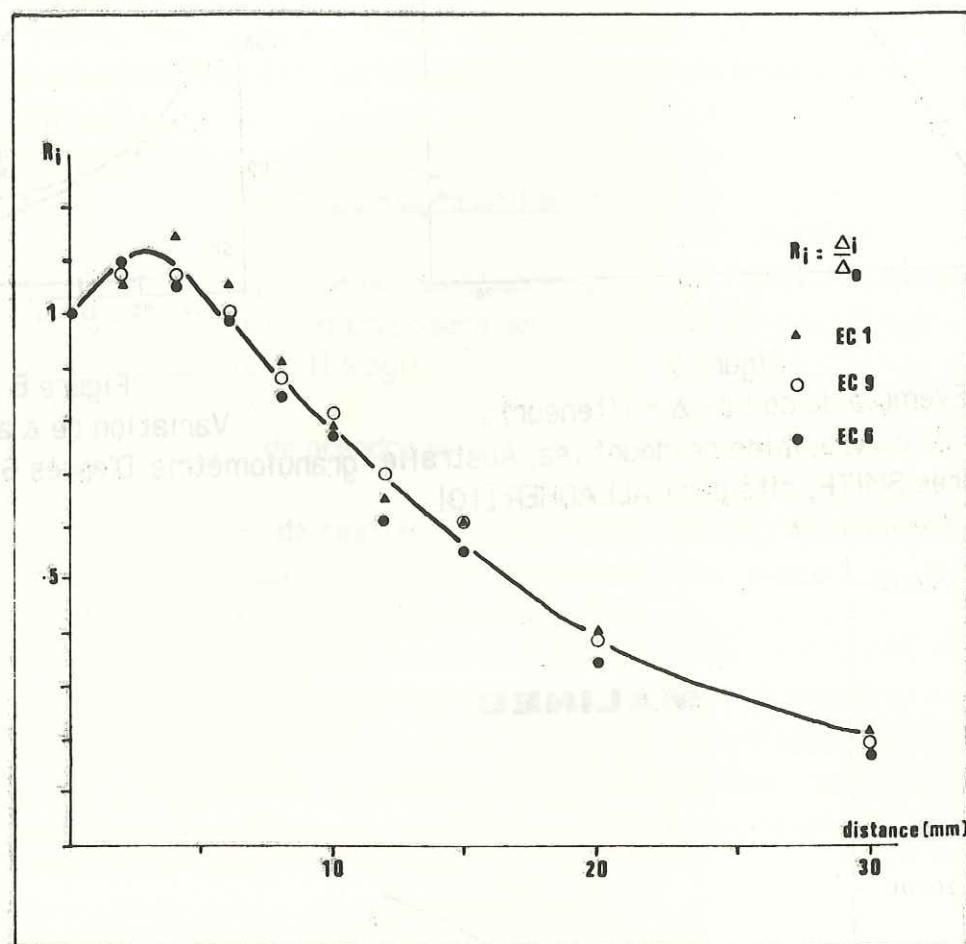


Figure 10  
Variation de  $\Delta$  avec la distance source-échantillon

- aux variations de composition de la matrice (figure 9).

En utilisant un seul comptage pour résoudre une équation à  $n$  inconnues ( $n$  éléments fluorescents dans l'échantillon), on se place dans le cas le plus défavorable : la figure 9 (d'après les données d'ABISSET [1]) montre les erreurs énormes (pouvant atteindre et dépasser 100 %) liées, dans ce cas, à la présence de fer dans les échantillons.

- à l'éloignement (figure 10) : dans le cas du spectromètre NE 5017, le comptage  $\Delta$  évolue de façon complexe pour les variations faibles de la distance source-échantillon. La courbe présentée met en évidence une augmentation de l'intensité liée à l'accroissement de la surface illuminée, pour des distances inférieures à 5 millimètres. Au delà, seule la décroissance exponentielle intervient.

Ces différentes constatations nous amènent à proposer un étalonnage basé sur deux paramètres, afin de ramener le problème posé soit à une équation à deux inconnues (zinc et matrice considérée globalement), soit à un système de deux équations à trois inconnues (deux éléments fluorescents et une matrice purement absorbante).

Dans ces deux cas, la deuxième variable (autre  $\Delta$ ) devrait être le comptage  $A$ , caractéristique de la matrice. Dans ce qui suit, on utilisera  $T$  qui est une donnée immédiate du compteur : par ce moyen, on considérera le zinc comme élément fluorescent (par l'intermédiaire de  $\Delta$ ) et le minéral porteur (par exemple la blende) comme constituant de la matrice (par l'intermédiaire de  $T$ , voir paragraphe 4).

## 5.2 - Méthodes à deux paramètres : $T/\Delta = f(\text{teneur})$

et  $T = f(\Delta)$ .

### 5.2.1 - $T/\Delta = f(\text{teneur})$

Le rapport  $\Delta/T$  exprime le pourcentage de l'intensité totale de fluorescence liée à la radiation située dans la fenêtre de comptage et constitue donc une pondération de l'effet de matrice global. Ce rapport évoluant entre  $10^{-2}$  et 10, on utilise plutôt son inverse,  $T/\Delta$ .

Dans la pratique, cette mise en rapport des deux paramètres permet de minimiser l'influence de certaines caractéristiques physiques de l'échantillon, telles qu'humidité et granulométrie. La seule condition à respecter est la conservation de la géométrie de l'ensemble échantillon/détecteur lors des deux comptages.



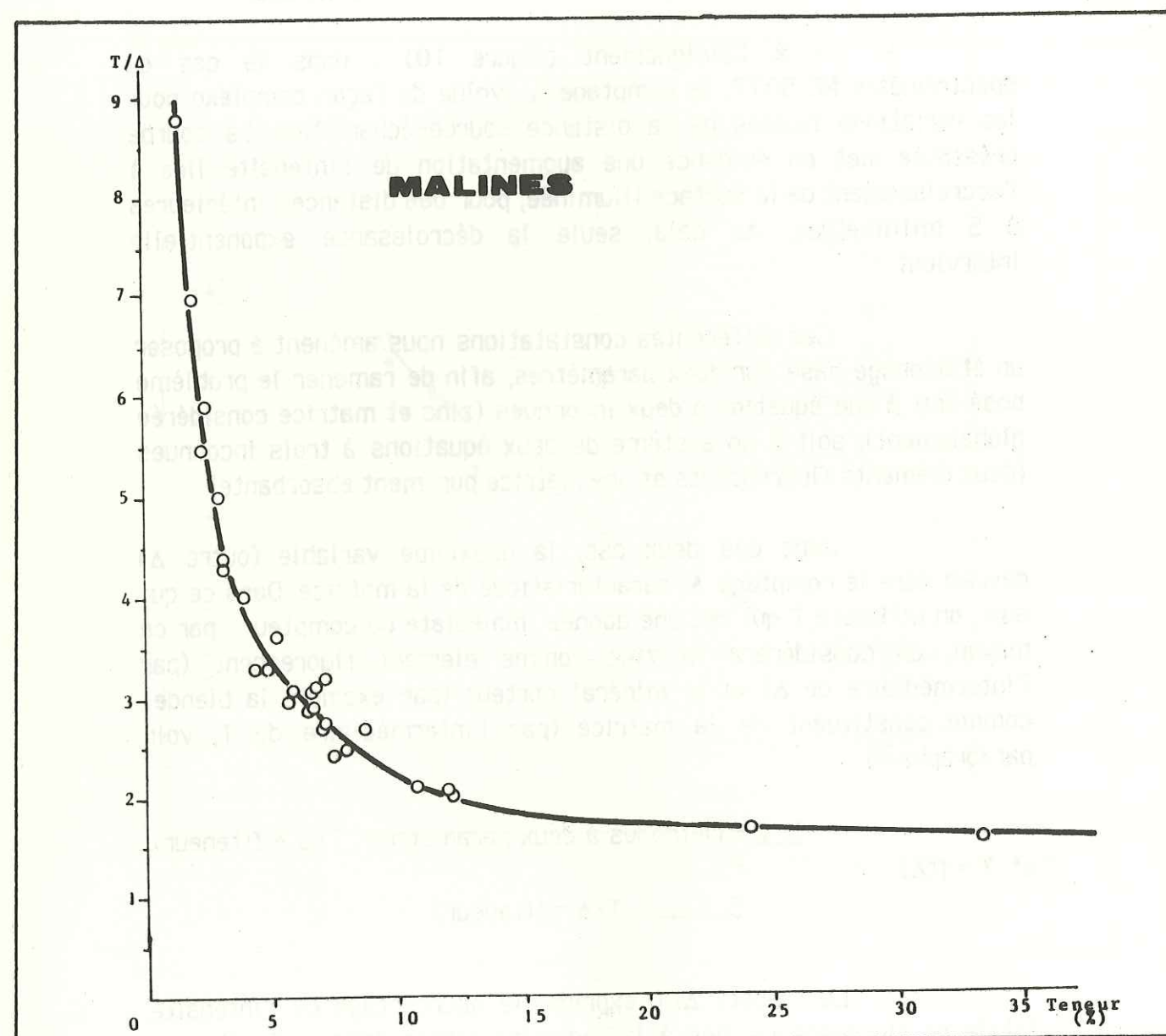


Figure 11  
Exemple de courbe  $T/\Delta = f(\text{teneur})$   
Mine des Malines.

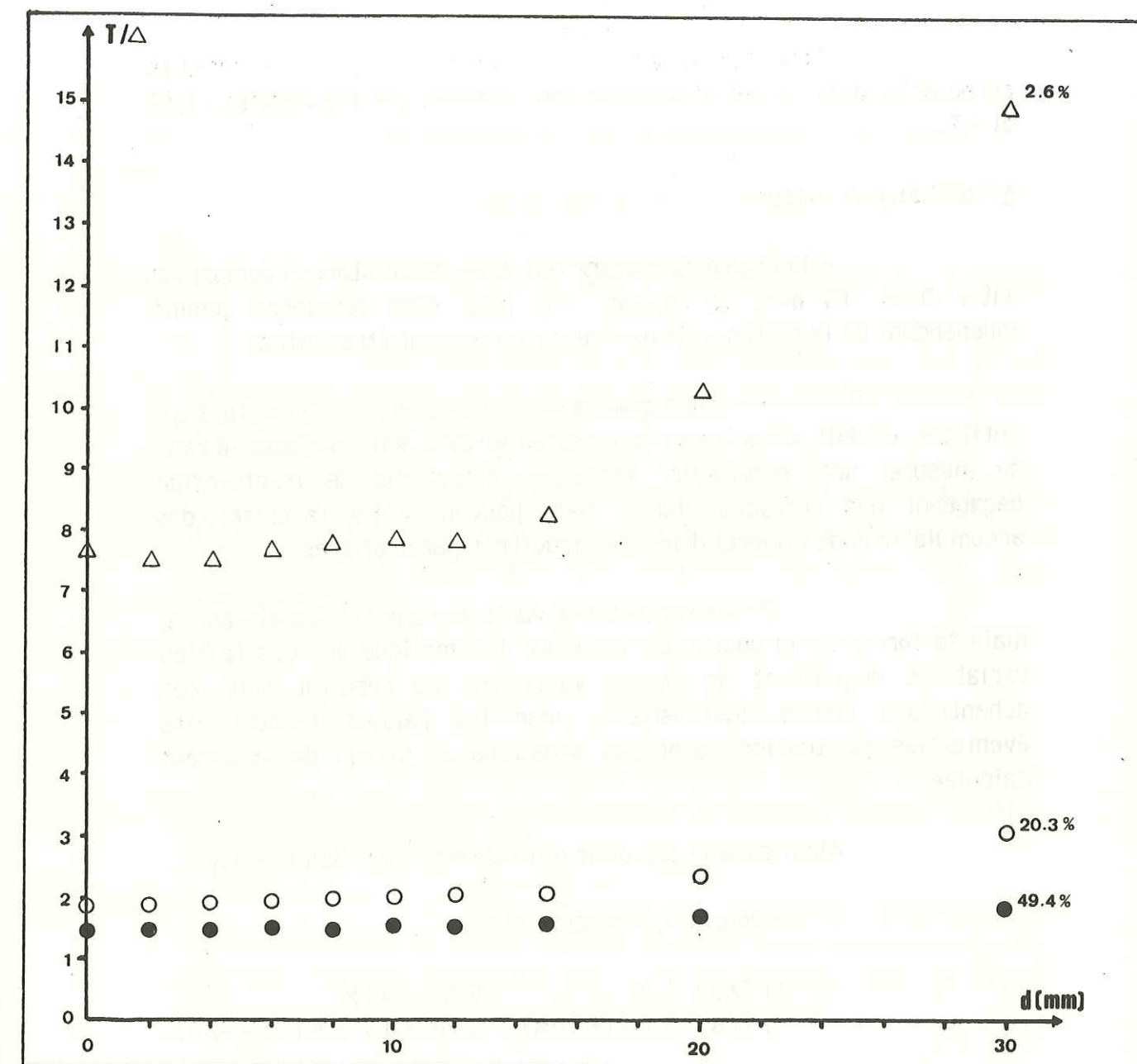


Figure 12  
Variation du rapport  $T/\Delta$  avec la distance source-échantillon



Cette méthode a déjà été utilisée par Mc CRARY et EDMONDS [22] qui procédaient aux deux comptages simultanément (au moyen de deux détecteurs équipés chacun d'un seul filtre) et obtenaient, grâce à un compteur proportionnel, le rapport T/A.

Pour l'analyseur Nuclear Enterprises, les principales caractéristiques de cet étalonnage sont données par les figures 11, 12 et 13 :

#### a - distance de mesure

- la figure 12 montre que, pour des distances comprises entre 0 et 15 mm, le rapport T/Δ peut être considéré comme indépendant de la distance. Deux remarques doivent être faites :

1 - Cette gamme de distance est insuffisante. Pour l'utiliser, on doit, dans le cas de mesures in-situ, soit surfer la zone de mesure, soit privilégier certaines directions de fracturation dégagant des surfaces planes mais pouvant alors favoriser des accumulations de minerai dans des structures particulières.

2 - Le rapport T/Δ varie peu aux faibles distances, mais la forme de la courbe de la figure 11 implique que ces faibles variations engendrent de fortes variations du résultat pour des échantillons riches. Inversement, pour les faibles teneurs, les éventuelles fluctuations sont peu sensibles au niveau de la teneur calculée.

Ainsi, dans le cas de la mine de Noailhac-Saint-Salvy :

- échantillon à 40 % de zinc :

si T/Δ = 1.5	% Zn = 40 %
si T/Δ = 1.65 (+ 10%)	% Zn = 13.5 % (Δ% = -66)

- échantillon à 3 % de zinc :

si T/Δ = 2.2	% Zn = 3 %
si T/Δ = 2.4	% Zn = 2.7 % (Δ% = -10)

#### b - granulométrie.

- La figure 13 illustre un exemple de mesures effectuées à l'aide du même étalonnage sur des supports différents, dans le cas d'un sondage percutant du prospect de Nord-Alès.

Les supports ont les caractéristiques suivantes :

- poudres (homométriques,  $d_{80} \approx 80 \mu\text{m}$ )
- débris de foration (hétérométriques,  $d_{80} \approx 1 \text{ mm}$ )

Les deux mesures ont été réalisées sur des prises d'échantillon différentes, et non sur le même échantillon rebroyé. C'est la principale cause de divergence.

Si on fait abstraction des différences constatées entre XRF (sur support quelconque) et chimie, dont on reparlera plus loin, on note la bonne cohérence des mesures réalisées aux deux granulométries.

#### c - humidité.

- Le tableau 1 montre l'influence du degré d'humidité et du temps de décantation lors d'analyses de boues de foration humide. Les résultats principaux sont :

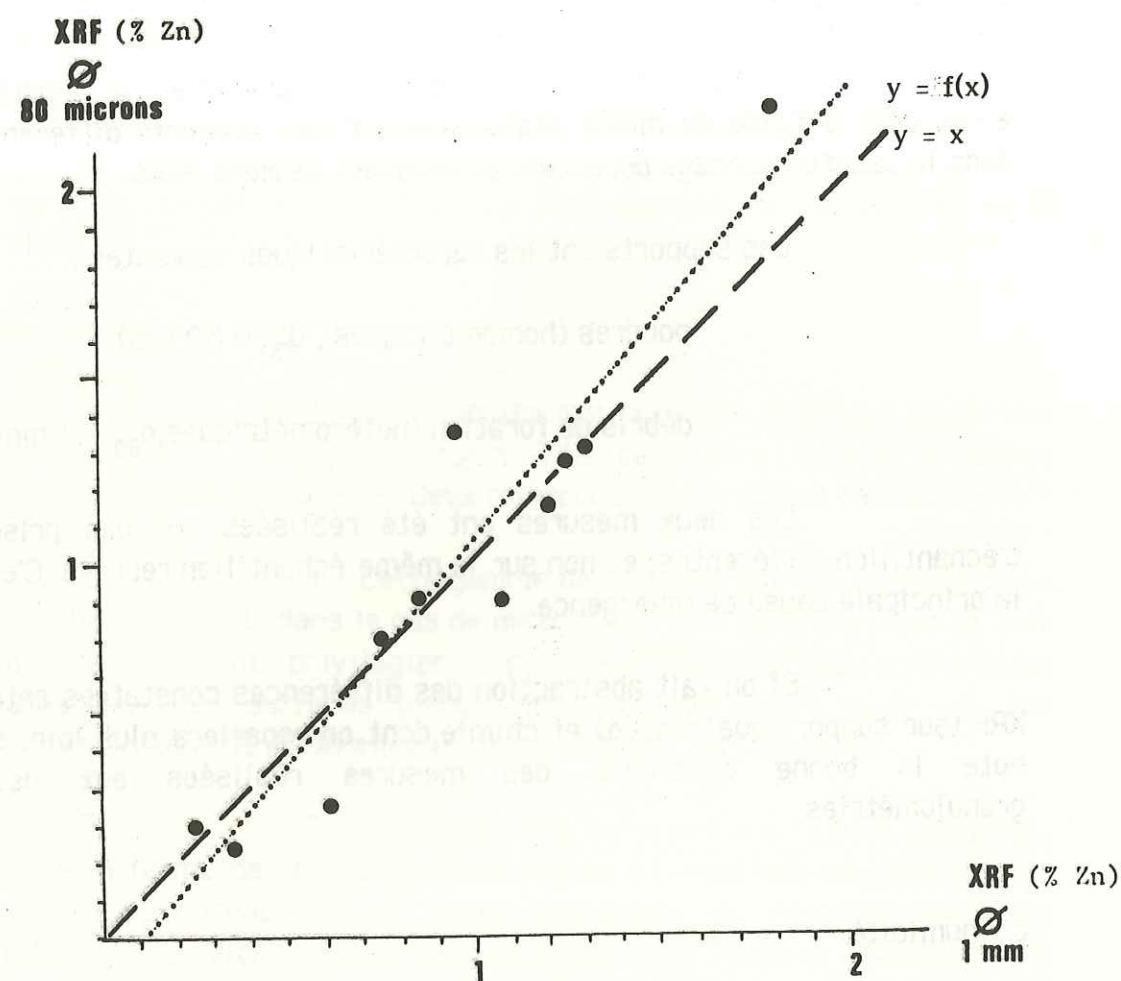
- l'augmentation de la teneur apparente de l'échantillon avec la teneur en eau. La plus forte variation relative observée n'excède cependant pas 6 % (on rappelle que la courbe d'étalonnage est réalisée à partir d'échantillons secs).

- le rapprochement des teneurs réelle et apparente avec l'augmentation du temps de décantation. La plus forte variation relative observée est de l'ordre de 3 %.

Si l'on désire des analyses très précises, on a donc intérêt, soit à expurger l'eau (filtrage ou pressage), soit à maintenir un état reproductible de saturation des échantillons.



## NORD-ALES : Sondage P.21-S2



Réf.	XRF 80 microns	XRF 1 mm	Chimie (% Zn)
1	1.25	1.27	1.68
2	1.15	1.20	1.15
3	0.90	0.85	0.85
4	0.35	0.60	0.38
5	1.35	0.95	1.03
6	2.20	1.80	1.90
7	0.30	0.25	0.23
8	0.80	0.75	0.73
9	0.25	0.35	0.29
10	0.90	1.07	1.62
11	1.30	1.30	1.27
moyenne	0.98	0.94	1.01
ecart-type	0.57	0.45	0.58

Figure 13

Variation de la teneur estimée avec la granulométrie  
Sondage Nord-Alès. Etalonnage en T/Δ.

	ECH 1	ECH 2	ECH 3	ECH 4	ECH 5	ECH 6	moyenne σ
	sec	30 %	40 %	50 %	60 %	70 %	
début	2.45	2.53	2.52	2.40	2.59	2.57	2.51 0.072
30 s	2.43	2.49	2.52	2.38	2.58	2.58	2.49 0.081
1 mn	2.44	2.51	2.50	2.39	2.57	2.58	2.50 0.073
1'30	2.43		2.52	2.37	2.57	2.56	2.49 0.087
5 mn	2.44	2.50	2.49	2.36	2.50	2.53	2.47 0.061
5'30	2.43	2.51	2.46	2.37	2.48	2.51	2.46 0.054
6 mn	2.45	2.51	2.47	2.35	2.52	2.53	2.47 0.067
moyenne σ	2.44 0.011	2.51 0.013	2.50 0.025	2.37 0.017	2.54 0.043	2.55 0.028	

Tableau 1  
Stabilité du rapport T/Δ en fonction du temps de décantation  
(colonnes) et de l'humidité (lignes).



On verra par la suite que dans le cas des analyses de boues in-situ à la mine des Malines, la précision est fixée à 10% relatifs, ce chiffre étant jugé suffisant si on le compare :

- 1 - au pourcentage relatif d'erreur commis par d'autres méthodes (voir 3ème partie) ;
- 2 - au degré de précision recherché lors de l'estimation.

#### d- Conclusion.

Cette méthode d'étalonnage permet d'introduire, lors de la conversion comptage/teneur :

- une pondération de l'absorption de la matrice ;
- la prise en compte et l'atténuation de variations physiques du support.

Elle est donc transposable à divers types d'échantillons: boues de foration, carottes, roches brutes. Toutefois, elle demeure sensible à la présence d'éléments fluorescents autres que le zinc.

#### 5.2.2 - abaque $T = f(\Delta)$ .

Tous les détails sur le calcul et la conception de ces abaques sont donnés en annexe 2.

Cette méthode est applicable à des cas faisant intervenir un ou plusieurs éléments fluorescents et une matrice éventuellement complexe, mais dans lesquels les seuls phénomènes de fluorescence sont ceux de la fluorescence primaire. On exclut les cas comportant des phénomènes de renforcement (cf. annexe 1, page 9).

Elle est inspirée des travaux de D. SY [32], pour la société des Barytines de Chaillac, qui mettaient en évidence une relation expérimentale entre  $T$  et  $\Delta$  dans des échantillons à teneur en baryum variable dans des matrices formées de  $\text{SiO}_2$  et  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , eux-mêmes en proportions variables. Cette relation avait alors été constatée mais non expliquée. Dans ce schéma, pour  $T$  et  $\Delta$  donnés, il ne peut exister qu'un seul mélange ternaire baryum-silice-fer.

Un programme, réalisé sur un simple Apple IIe, permet le calcul des intensités  $T$  et  $\Delta$  théoriques en fonction de :

- la source et les filtres utilisés ;
- la concentration en chaque élément fluorescent ;
- la composition de la matrice.

Toutefois, quel que soit le nombre d'éléments fluorescents introduits, l'abaque ne pourra restituer que le comportement simultané de deux d'entre eux.

On compare ensuite les valeurs théoriques et les valeurs réelles trouvées expérimentalement pour un certain nombre d'étalons. L'abaque devient alors utilisable en pratique, si la valeur du coefficient de corrélation entre les deux séries de valeurs est satisfaisante.

Dans le cas du zinc, les abaques se présentent sous la forme suivante :

- les "iso-matrices" sont des droites sub-parallèles de pente proche de 1, mais concourantes pour les fortes teneurs en zinc, vers un point qui devrait représenter un échantillon de zinc métal pur. Pour ces fortes teneurs, on observe une courbure des iso-matrices compatible avec les observations de D. SY (figure 7, annexe 2) ;

- les "iso-teneurs en zinc" sont des droites rayonnantes dont le point de concours devrait correspondre à 100 % de fer métal.

Le principe d'utilisation est de projeter le point obtenu expérimentalement sur une des "iso-matrices" prise en référence (5% Fe par exemple) et de calculer ensuite  $T/\Delta$  dans cet état de référence.

Deux exemples d'abaques ainsi calculés sont donnés en annexe 2. L'un concerne le dosage de minerai carbonaté (smithsonite) en présence de goethite et l'autre le dosage de minerai sulfuré (blende) dans un mélange silice+hématite.

Actuellement, ce type de diagramme n'a été utilisé que sur poudres, mais les travaux en cours semblent montrer qu'un tel abaque peut être combiné avec la courbe  $T/\Delta = f(\text{teneur})$  pour une utilisation sur différents types de support.



## 6 - Conclusions

L'appareil NE 5017 doté de ces diverses possibilités d'étalonnage est un spectromètre très simple, que nous avons utilisé uniquement comme analyseur monoélémentaire (une seule source, une seule paire de filtres).

Il offre, malgré sa simplicité, de nombreuses possibilités d'action sur :

- les conditions de mesure ;
- les moyens d'interprétation de ces mesures.

Dans l'optique d'une utilisation minière, l'étalonnage simple  $\Delta = f(\text{teneur})$  doit être employé le moins possible et réservé :

- à des supports de caractéristiques peu variables (poudres ou boues homométriques) ;
- à des matrices de composition constante.

Son extension à de nouveaux supports ou de nouveaux quartiers de l'exploitation nécessite à chaque fois la réalisation d'une nouvelle courbe.

Les étalonnages  $T/\Delta = f(\text{teneur})$  ou  $T = f(\Delta)$  sont transposables à différents supports avec quelques restrictions d'emploi (distance...). Mais quelle que soit la méthode choisie, les échantillons dans lesquels les concentrations de plus de deux éléments "visibles" par le compteur varient sont sujets à des erreurs analytiques.

La seule possibilité pour éviter ces erreurs est d'utiliser un analyseur multiélémentaire.

Pour une utilisation minière en routine, la possibilité d'une adaptation du spectromètre NE 5017 est exclue. En effet, la configuration de l'appareil implique de disposer d'un logiciel de traitement des résultats implanté sur un micro-ordinateur séparé. L'encombrement et la difficulté d'utilisation par un personnel non qualifié rendent ce projet non viable en pratique.

On devra donc utiliser des appareils de la seconde génération décrite précédemment ([29], [14], [19]), pouvant réaliser des analyses multiélémentaires en 80 secondes environ et fournir un résultat directement utilisable par une personne non avertie.

Pour certaines applications, nous avons pu disposer d'un de ces appareils, le "SYRANO" d'Enertec, dont on trouvera une description dans le rapport final de l'action concertée VRSS ([8]).



### 3 - CONCLUSION A LA PRESENTATION DE L'APPAREILLAGE

Dès les premières pages de ce texte, on a souligné la diversité des objectifs visés lors de l'utilisation d'un spectromètre XRF portable.

- analyses de laboratoire sur poudres, avec une précision importante (contrôle des rejets d'une laverie, suivi de la qualité d'un processus de flottation...);

- analyses in-situ sur supports divers, avec une erreur relative tolérable jusqu'à environ 10 %, justifiée de deux manières, pour les utilisations qui seront décrites par la suite :

- l'une est purement pratique et fixée par les mineurs avec lesquels nous avons travaillé : 10 % représente la valeur limite supérieure acceptable face aux erreurs avoisinant parfois 100 % enregistrées par les méthodes d'échantillonnage précédemment utilisées

- l'autre est liée à l'utilisation de moyennes de plusieurs mesures : la condition de non-biais global (moyenne des erreurs nulle ou très petite) est donc plus importante que la précision intrinsèque des mesures (cf. JOURNEL [17], page 264).

Dans cette optique, les pages qui précèdent ainsi que les annexes s'y rapportant montrent que :

1 - le spectromètre non dispersif NE 5017 de Nuclear Enterprises Ltd est d'un emploi trop peu pratique pour des analyses multiélémentaires, précises. Il est essentiellement pénalisé par son retard technologique au niveau du traitement des données.

Cependant, dans le but de montrer la faisabilité de telles mesures et de leur application à l'estimation, il offre de nombreuses possibilités de recherche.

2 - La mise en oeuvre industrielle de ce type de mesures devra utiliser un spectromètre à dispersion d'énergie. Mais les appareils de ce type, s'ils possèdent une technologie de pointe en faisant de bons matériels de laboratoire, nécessitent encore une adaptation au problème des échantillons de caractéristiques physiques hétérogènes.

3 - la réalisation de mesures in-situ sur débris de foration et sur roches nécessite des procédures d'étalonnage spécifiques que nous n'avons pu mettre en oeuvre que sur le spectromètre NE 5017. Des études parallèles et similaires sont menées au BRGM sur le spectromètre "SYRANO" par PINAUT et JACQUIN [15].

La partie suivante présente les résultats obtenus sur le terrain lors d'applications des méthodes présentées ici. On va successivement aborder le cas d'analyses sur tous les supports décrits jusqu'à maintenant, en cherchant toujours à évaluer les capacités de la méthode à fournir une description de la minéralisation et des analyses fiables en vue d'une estimation.



## 2ème PARTIE

### APPLICATIONS DE CONTROLE

#### Résumé :

Dans cette deuxième partie, on envisage successivement les applications énumérées à la fin de la première partie. Celles-ci servent ici à tester nos hypothèses avant d'aborder l'estimation d'un volume en place avant abattage.

Quatre types de supports sont étudiés dans les buts suivants :

- **poudres et débris de foration** : comparaison des réponses d'échantillons miniers de même teneur mais de granulométrie différente; conséquence de l'utilisation d'un analyseur mono-élémentaire dans une minéralisation complexe; possibilité d'un suivi de sondages destructifs sur le chantier.

- **boues** : influence de la granulométrie et de la teneur en eau sur le dosage de produits de perforation, éventuellement sur le chantier.

- **sondages carottés** : description de la variabilité d'une minéralisation à petite échelle (< 10 cm); comparaison des teneurs moyennes trouvées en XRF et en chimie; aide au découpage des passes à analyser dans le cas de minéralisations peu ou pas visibles.

- **front de taille** : description de la géométrie d'une minéralisation par analyses de surface (problème de la détermination des bordures); aide à l'interprétation génétique du phénomène par la mise en évidence du comportement du minerai à petite échelle; détermination de la teneur moyenne d'une surface.



## 1 - MESURES SUR POUDRES ET DEBRIS DE FORATION

Le contrôle des hypothèses formulées sur l'utilisation d'un analyseur XRF portable sur poudres ou débris de foration, pour le suivi de sondages percutants, a été réalisé lors d'une campagne du B.R.G.M. sur le site de "Nord-Alès".

Cette zone, prospectée de diverses manières depuis 1982, est située à un kilomètre environ au nord-ouest d'Alès, dans le vallon du Soulier (figure 30, page 75).

Le B. R. G. M. y a réalisé, depuis le début des recherches, et après une campagne de sondages à maille large :

- des sondages carottés à maille 50 mètres ;
- un front de taille de dimensions 30 m x 12 m ;
- des sondages percutants à maille 25 mètres puis 12.5 mètres.

La figure 2, annexe 3, illustre les rapports géométriques entre les différentes phases de cette prospection.

Le problème majeur (illustré par la description page 74) rencontré sur ce site est l'impossibilité de distinguer de visu les zones minéralisées des zones stériles. On constate une quasi-indépendance des variables teneur, densité, lithologie et couleur.

Seules des analyses en temps réel in-situ permettent donc de suivre l'évolution des teneurs lors de la foration. Le protocole destiné à tester cette possibilité a été le suivant :

- réalisation de 420 échantillons issus de 15 sondages différents ;
- analyse de 104 de ces échantillons par les laboratoires du B. R. G. M. ;
- analyse des mêmes 420 échantillons en XRF portable, sous forme porphyrisée (80 µm) et, pour certains d'entre eux sous forme de débris de foration (1 mm) ;

Les résultats sont fournis en annexe 3. Ils appellent trois types de remarques :



1 - Importance des erreurs relatives : on rappelle que les fluctuations de comptage liées à l'appareillage entraînent, dans le cas du dosage du zinc, une incertitude absolue de  $\pm 0.1\%$  Zn. Or 45 % des échantillons analysés possèdent une teneur en zinc inférieure à 1 %

Ces erreurs relatives se répartissent selon une loi de type normal, de moyenne - 7.5 % et d'écart-type 28.3 %. Le biais est lié à la présence de quelques sondages de caractéristiques minéralogiques très anormales par rapport aux étalons employés (P.205-S2, P.20-S4, P.20-S3). Leur élimination conduit à une loi de moyenne - 0.5 % et d'écart-type 23.8 %.

Ceci confirme la limitation d'utilisation que constitue la présence d'un élément non dosé (ici l'ensemble plomb-arsenic) lors de l'emploi d'un analyseur en mode monoélémentaire. La corrélation XRF/Chimie en est une autre illustration : de 0.911 toutes données confondues, le coefficient de corrélation passe à 0.940 après élimination des sondages cités ci-dessus.

2 - Variations de T et de A : comme souligné au chapitre 2, les comptages T et surtout A peuvent être reliés aux caractéristiques des échantillons.

- Le comptage T est lié au faciès et à la teneur en zinc, c'est pourquoi l'interprétation de ses variations est délicate. De manière générale, T augmente avec l'altération et l'approche du pied du chapeau de fer, ces deux phénomènes étant favorables à la concentration de minéraux oxydés porteurs de fer, de zinc et de plomb. Des nuances de couleur peuvent souligner le phénomène : ocre si la variation de T est liée à la présence de fer, blanc verdâtre peu soutenu si elle correspond à la présence de zinc.

Mais ceci n'est pas une règle absolue.

- Le comptage A est, lui, directement lié à la composition de la matrice (éléments autres que le zinc). On a réalisé (figure 14) un histogramme de la répartition des comptages A des 420 échantillons : cette représentation montre une grande diversité des valeurs obtenues et leur répartition selon deux modes.

- La très grande majorité d'entre elles est constituée par les classes 7200 à 7500, correspondant à la matrice dolomitique.

- L'autre mode, moins représenté, comprend les classes 8100 à 8300, et semble correspondre aux concrétions ferrugineuses dans les zones de fracturation.

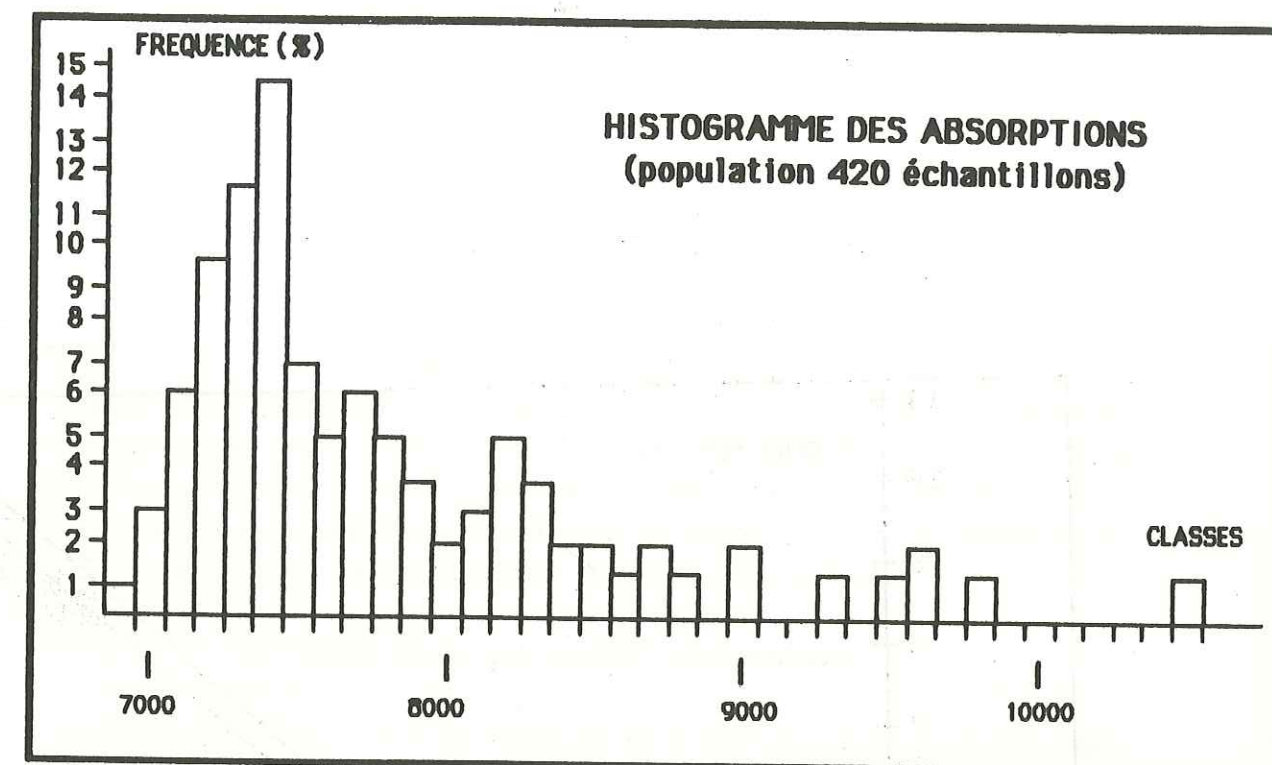
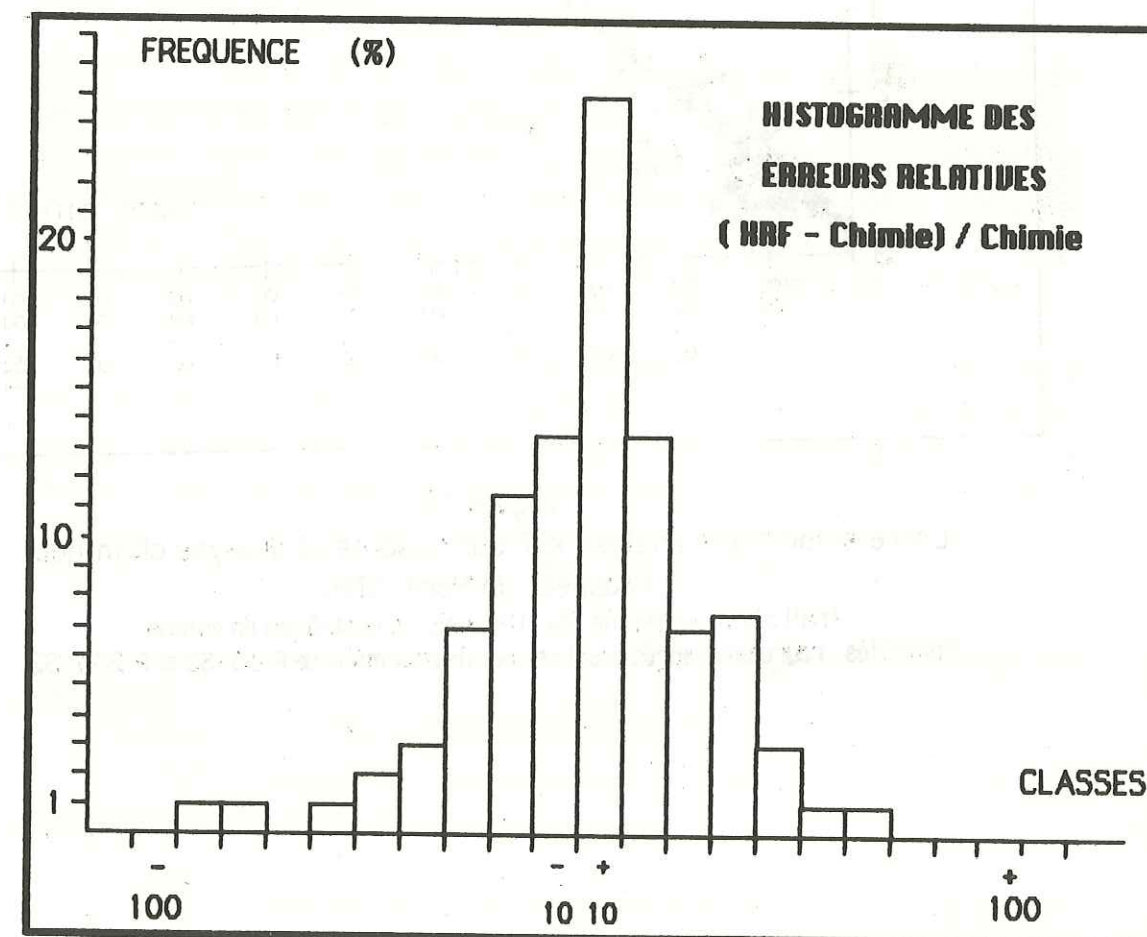


Figure 14

Figure 15





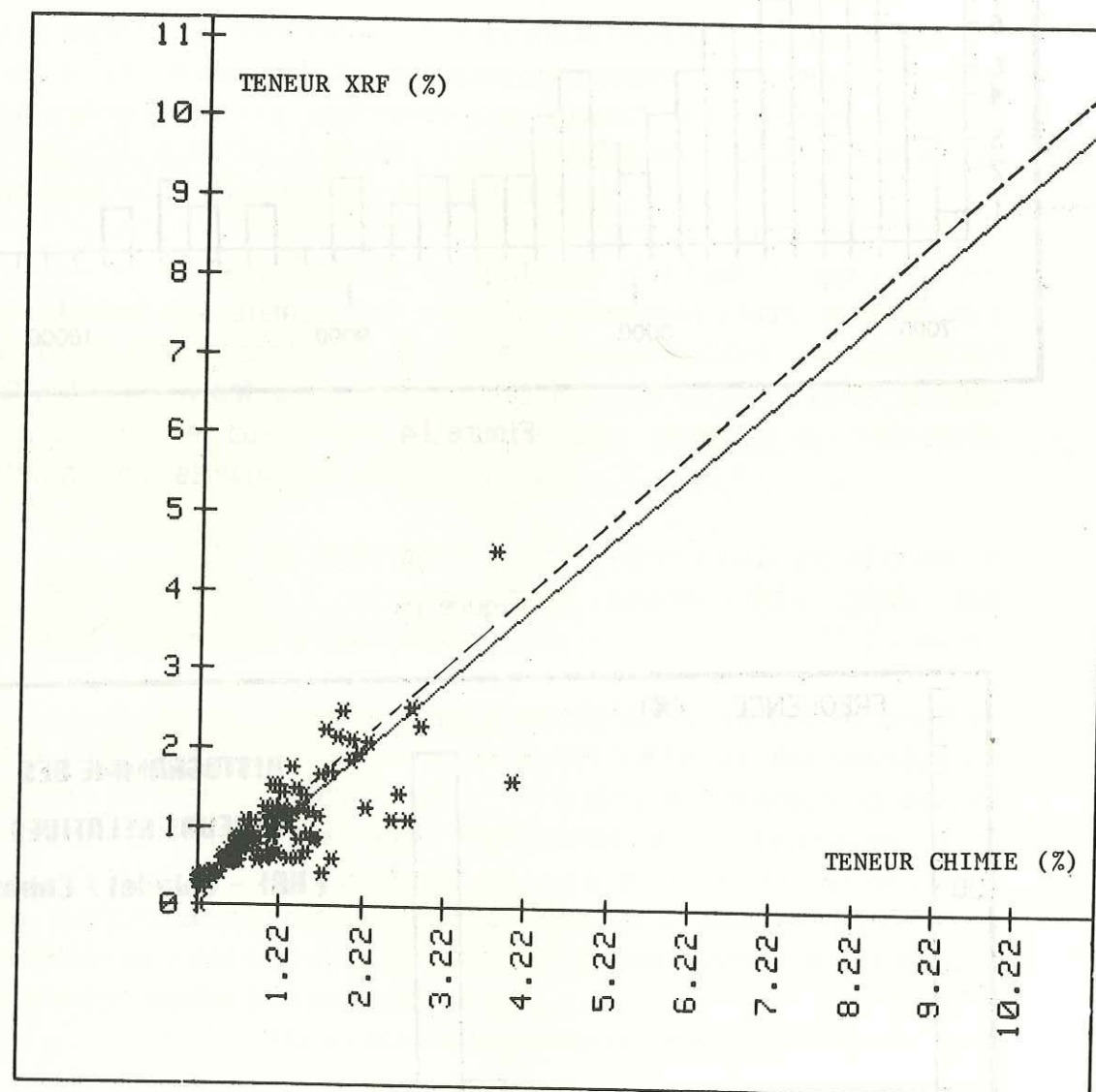


Figure 16  
Corrélation entre analyse XRF sur poudres et analyse chimique.  
Prospect de Nord-Alès  
Trait plein : ensemble des 104 analyses contrôlées en chimie.  
Pointillés : régression après écart des points anormaux de P.20-S2 et P.205-S2.

On a réalisé quelques diffractogrammes d'échantillons représentatifs de ces deux modes, pour tenter de corréler classes d'absorption et composition minéralogique. Les résultats sont donnés en annexe 3. On y constate la liaison des comptages extrêmes avec la présence de minéraux combinant plomb et arsenic.

3 - Corrélation XRF(80  $\mu$ m)/Chimie (1 mm) : abstraction faite des problèmes de matrice qui provoquent des différences importantes entre valeurs XRF et valeurs chimie, on constate (figure 13) la permanence des résultats à des granulométries aussi différentes que celles des poudres et des débris de foration. On a vu (chapitre II, 5.2) que ceci est lié à la méthode d'étalonnage employée.

Cette étude sur poudre a donc permis :

1 - de montrer qu'il est possible d'assurer, dans des conditions satisfaisantes, le suivi rudimentaire d'une campagne de sondages percutants à l'aide d'un analyseur portable éventuellement implanté sur les lieux de sondage. Les erreurs relatives importantes enregistrées lors de cette expérience sont liées principalement à la faible teneur moyenne des échantillons analysés. La précision est néanmoins suffisante pour une pré-analyse destinée à constituer de larges classes de teneur.

2 - de fixer les règles d'utilisation du spectromètre NE 5017. Pour pouvoir accorder une valeur aux analyses effectuées avec cet appareil, on devra en limiter l'utilisation monoélémentaire aux minéralisations "simples" (un ou deux éléments fluorescents dans une matrice légère et peu variable). Dans ce cas, un seul étalonnage pourra être utilisé sur l'ensemble de la zone étudiée.

Dans le cas de minéralisations plus complexes (plus de deux éléments fluorescents à prendre en compte, matrice variable et dont les variations ne sont pas connues a priori...), il faudrait réaliser autant d'étalonnages locaux que nécessaire. Cette méthode de travail est tout à fait irréaliste : la solution du problème passe alors par l'utilisation d'un analyseur multiélémentaire.

Dans les exemples suivants, ces règles seront toujours respectées :

- toutes les applications à la mine des Malines ont été réalisées avec le même étalonnage ;

- l'étude du front de carrière de Nord-Alès a nécessité un étalonnage différent de celui utilisé pour les sondages percutants ;



- l'étude des sondages de Chessy-les-mines a nécessité un étalonnage à partir d'échantillons de teneur en cuivre peu variables et proches de la moyenne du gisement.

## 2 - MESURES SUR BOUES

La première extension des essais réalisés sur poudres concerne des analyses de boues de perforation entreprises à la mine des Malines.

Dans cette mine, l'estimation de la teneur des volées se fait, en règle générale (voir 3ème partie, chapitre I) par l'analyse de boues de perforation, recueillies de manières diverses. L'analyse est réalisée par voie chimique au laboratoire de la mine. Les diverses étapes de la mise en solution imposent un délai de réponse d'un "poste" (en pratique une demi-journée).

L'utilisation d'un spectromètre de fluorescence X peut s'y envisager de deux manières :

- au laboratoire pour accélérer le processus d'analyse: on effectue les mesures sur boues brutes, sans broyage, ni séchage, ni mise en solution ;

- en mine, pour analyser les échantillons dès leur production. L'utilisation que l'on peut faire de ces analyses de boues réalisées "in-situ" fait l'objet des chapitres III-4 à 6.

### 1 - Caractéristiques des boues

Les figures 17 et 18 illustrent les caractéristiques granulométriques des échantillons de boue prélevés selon deux méthodes :

- dans le cas de la figure 17, les boues issues du trou ruissellent plus ou moins sur le front de taille et s'accumulent à son pied. A la fin du cycle de perforation, le mineur prélève après mélange à la pelle un échantillon de ces boues (environ un kilogramme).

- dans le cas de la figure 18, les échantillons sont recueillis l'un après l'autre dans un bac par l'intermédiaire d'un récupérateur de boue monté sur l'engin de perforation. Cet appareil canalise le flux de matière dès sa sortie du trou et empêche tout contact avec le front ou le sol. Après homogénéisation, l'échantillon est prélevé dans le bac.

Sur ces graphiques sont représentées trois courbes :

- granulométrie et quantité métal (courbes cumulatives) ;



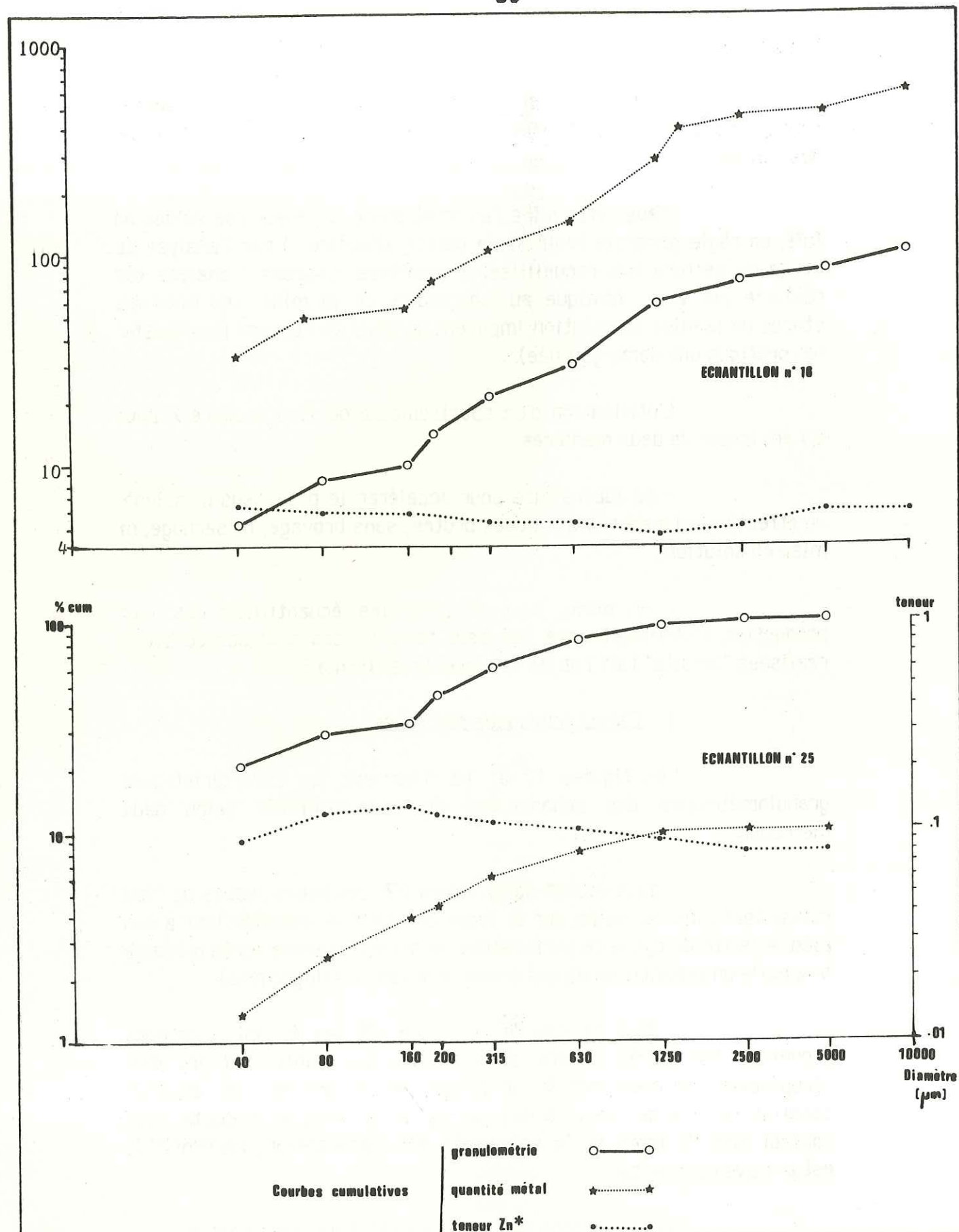


Figure 17

Caractéristiques granulométriques de boues récupérées sans appareillage de prélèvement. Mine des Malines, quartier SANGUINEDE.

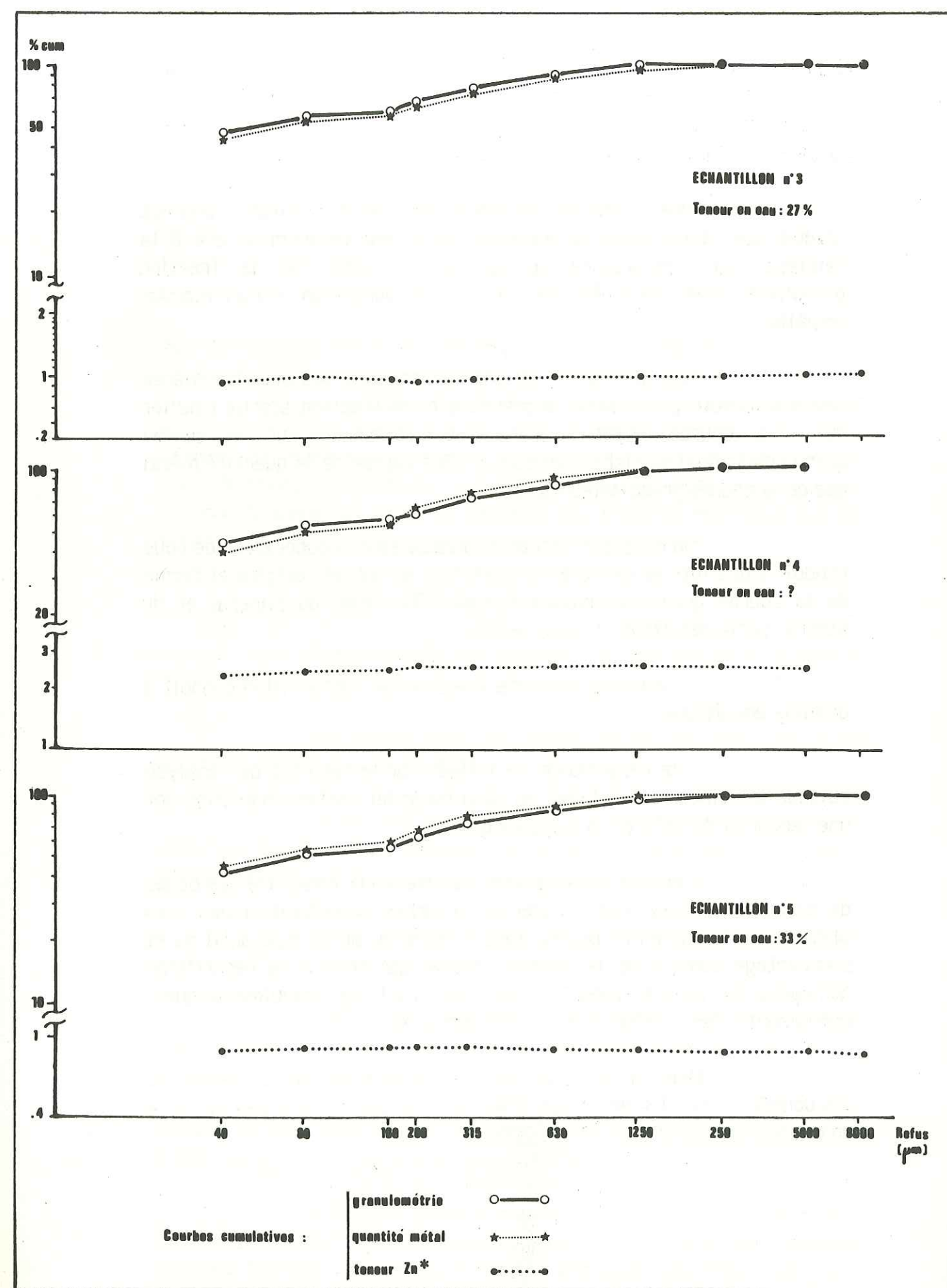


Figure 18

Caractéristiques granulométriques des boues prélevées avec le "récupérateur" mis au point par la mine des Malines, quartier ESPERANCE.



- teneur Zn\* : cette courbe permet de connaître la teneur moyenne de l'échantillon restant après élimination des fractions granulométriques les plus grossières (le point correspondant à 200  $\mu\text{m}$  indique la teneur moyenne de l'échantillon formé des fractions granulométriques < 40  $\mu\text{m}$ , 40  $\mu\text{m}$ , 80  $\mu\text{m}$ , 160  $\mu\text{m}$  et 200  $\mu\text{m}$ ).

Une évolution parallèle des deux premières courbes traduit que la variation de quantité métal est uniquement due à la faiblesse ou l'importance de la représentation de la fraction granulométrique concernée. Dans ce cas, la courbe des teneurs marque un palier.

Une divergence ou une convergence des deux premières courbes traduit, par contre, la présence d'une fraction stérile (palier sur la courbe quantité métal et croissance sur la courbe granulométrique) ou riche (croissance plus rapide de la quantité métal que de la courbe granulométrique).

On note que l'échantillonnage sans récupérateur de boue conduit à des lots de caractéristiques très variables (origine et forme de la courbe granulométrique, broyage différentiel du minerai et du stérile, perte des fines...). Dans ce cas :

- l'élimination d'une fraction de l'échantillon conduit à un biais analytique ;

- la décantation va influencer sur le résultat de l'analyse puisque les fines rassemblées au fond du godet porte-échantillon ont une teneur différente de la moyenne globale.

L'échantillonnage avec récupérateur conduit à des boues de caractéristiques très constantes (courbes granulométriques très plates, similitude entre pourcentage cumulé du poids d'échantillon et pourcentage cumulé de la quantité métal qui traduit la répartition homogène du minerai dans les diverses fractions granulométriques, conduisant à des courbes Zn\* sub-horizontales).

Deux interprétations sont possibles, entre lesquelles les données actuellement disponibles ne nous permettent pas de faire un choix :

- soit le récupérateur, par construction (rapport entre diamètre du manchon et diamètre de la tige de perforation), se comporte comme un broyeur et provoque l'homogénéisation des granulométries et des teneurs par classe ;

- soit on a procédé aux essais dans un type de minerai particulier, possédant intrinsèquement ces caractéristiques de répartition des teneurs.

De nouvelles données sont en cours d'acquisition, qui devraient permettre de décider entre ces deux interprétations.

Ce comportement du minerai dans les boues permet d'éliminer, sans risque de biais sensible, les fractions granulométriques supérieures à 1250  $\mu\text{m}$ . Celles-ci ne représentent que 3 % environ du poids de l'échantillon, mais leur suppression permet de réduire d'environ 25 % la variance des mesures réalisées sur les boues brutes.

## 2 - Résultats analytiques

Les résultats des mesures sont présentés en annexe 4, et résumés par les figures 19 à 23 ci-après.

Ils concernent des boues récoltées dans les trois quartiers de la mine des Malines.

On ne doit pas perdre de vue que le but de ces essais d'analyse est d'acquérir le savoir-faire nécessaire à l'estimation de la teneur de volées en place, lors de leur perforation.

Trois appareils ont été utilisés plus ou moins simultanément :

- NE 5017, étalonné pour le quartier d'ESPERANCE où étaient menées toutes les expériences d'estimation des volées.

- SYRANO, étalonné sur boues par Enertec, sans régulation thermique en 1983 et avec régulation (composant Peltier) en 1984.

- ASOMA (modèle non dispersif multi-élémentaire) : modèle standard étalonné à l'aide d'échantillons en poudre ne provenant pas des Malines (1983), puis modèle étalonné spécifiquement pour cette mine (1984).



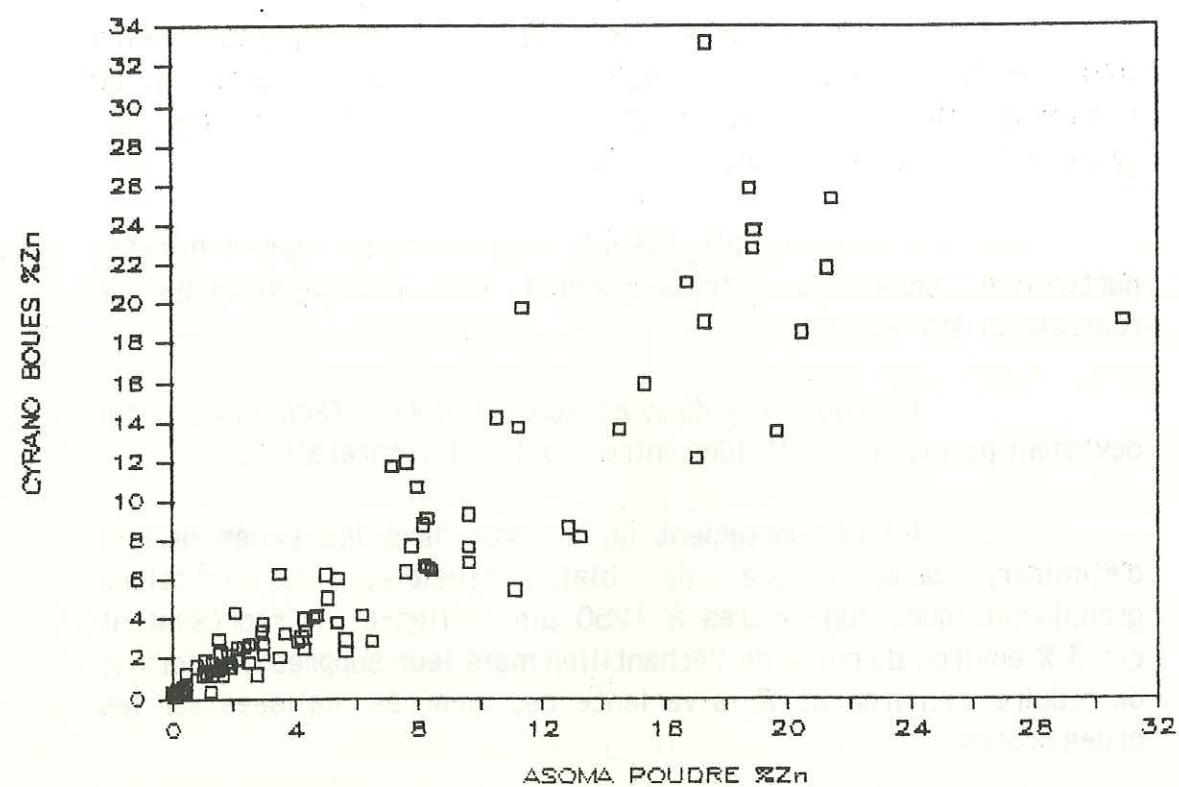


Figure 19

Dosage du zinc : corrélation entre mesures sur boues (spectromètre SYRANO) et mesures sur poudres par le spectromètre ASOMA utilisé comme référence.

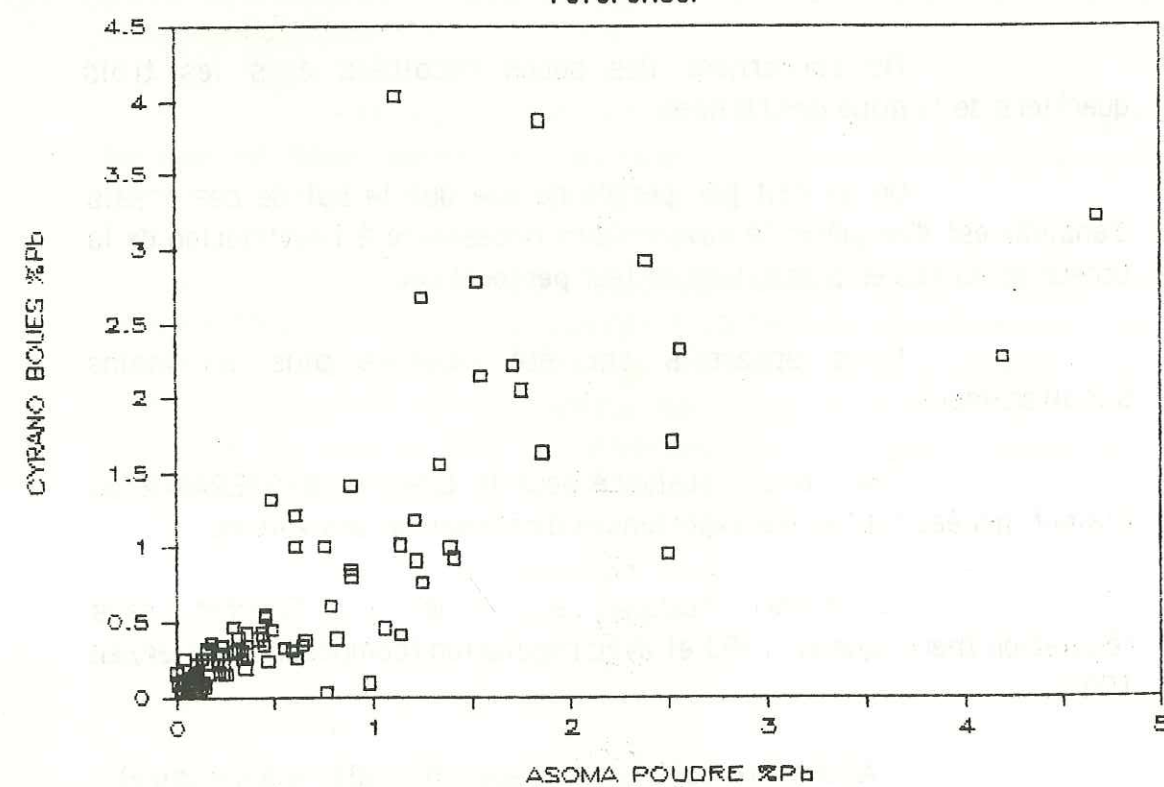


Figure 20

Dosage du plomb : corrélation entre mesures sur boues (spectromètre SYRANO) et mesures sur poudres par le spectromètre ASOMA utilisé comme référence.

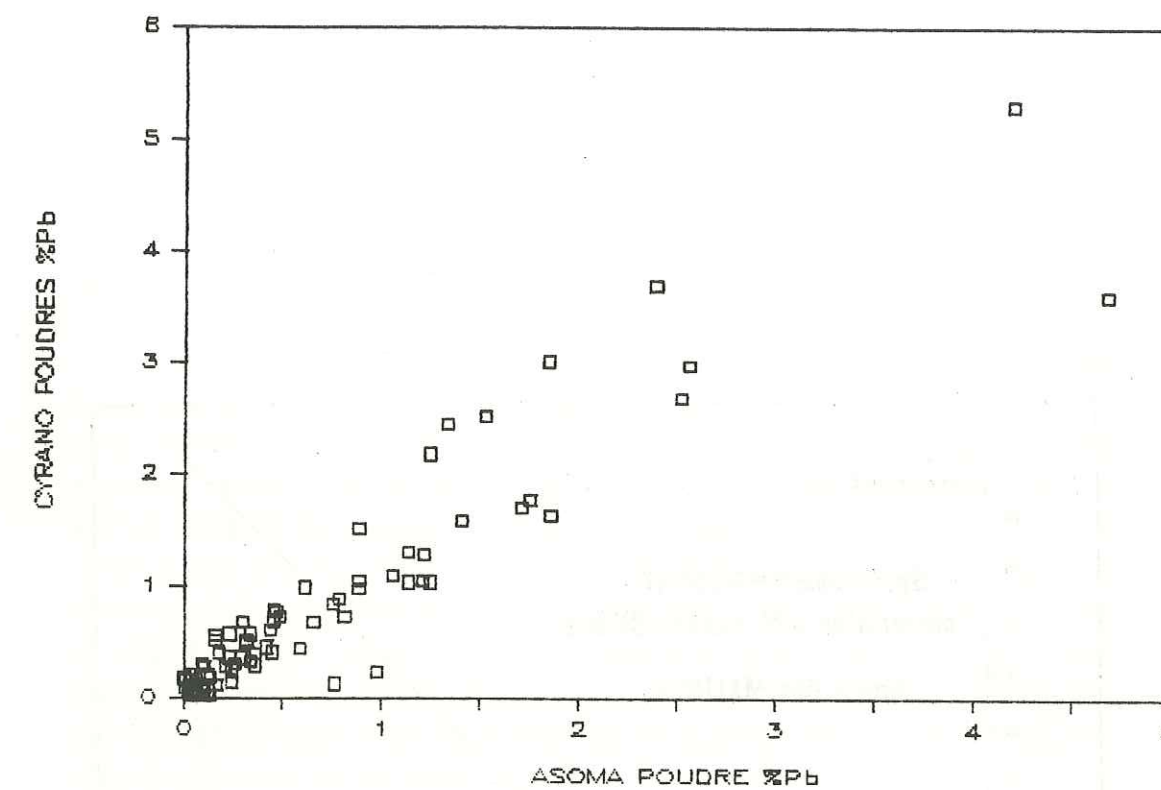


Figure 21

Dosage du plomb :  
Corrélation entre mesures sur poudres (spectromètres SYRANO et ASOMA)

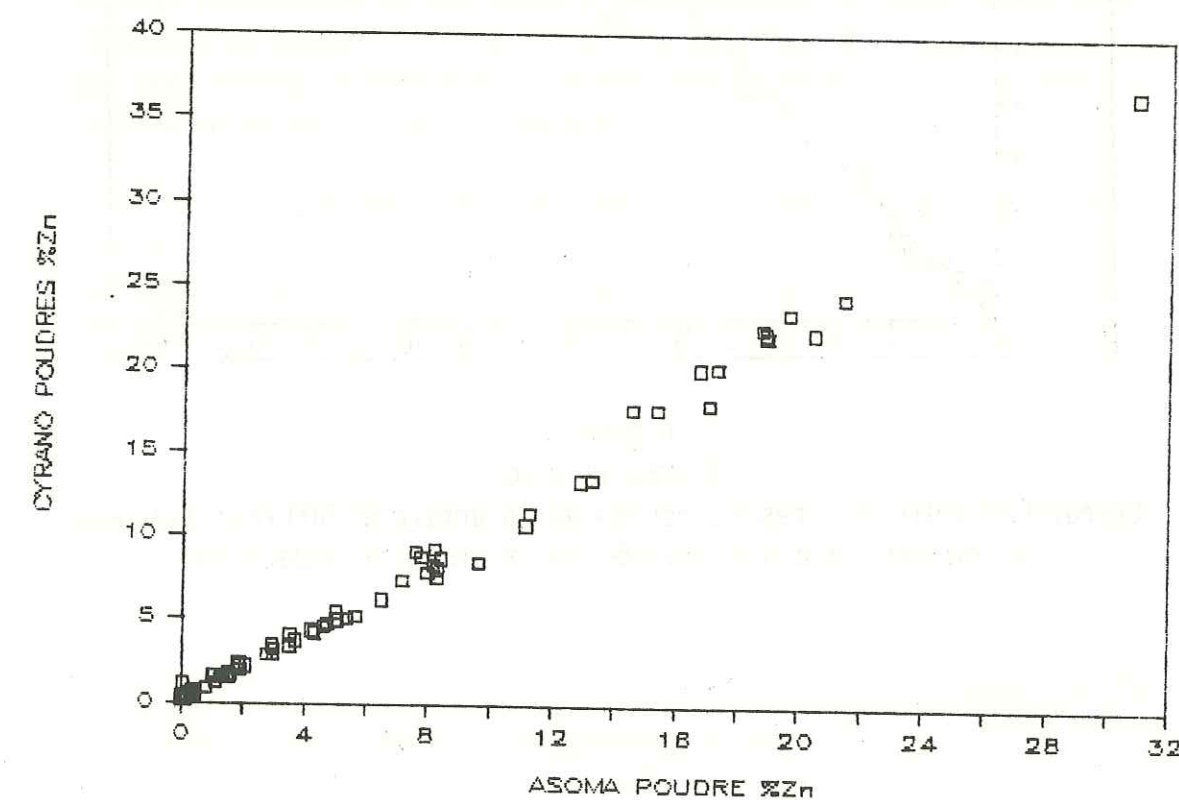


Figure 22

Dosage du zinc :  
Corrélation entre mesures sur poudres (spectromètres SYRANO et ASOMA)



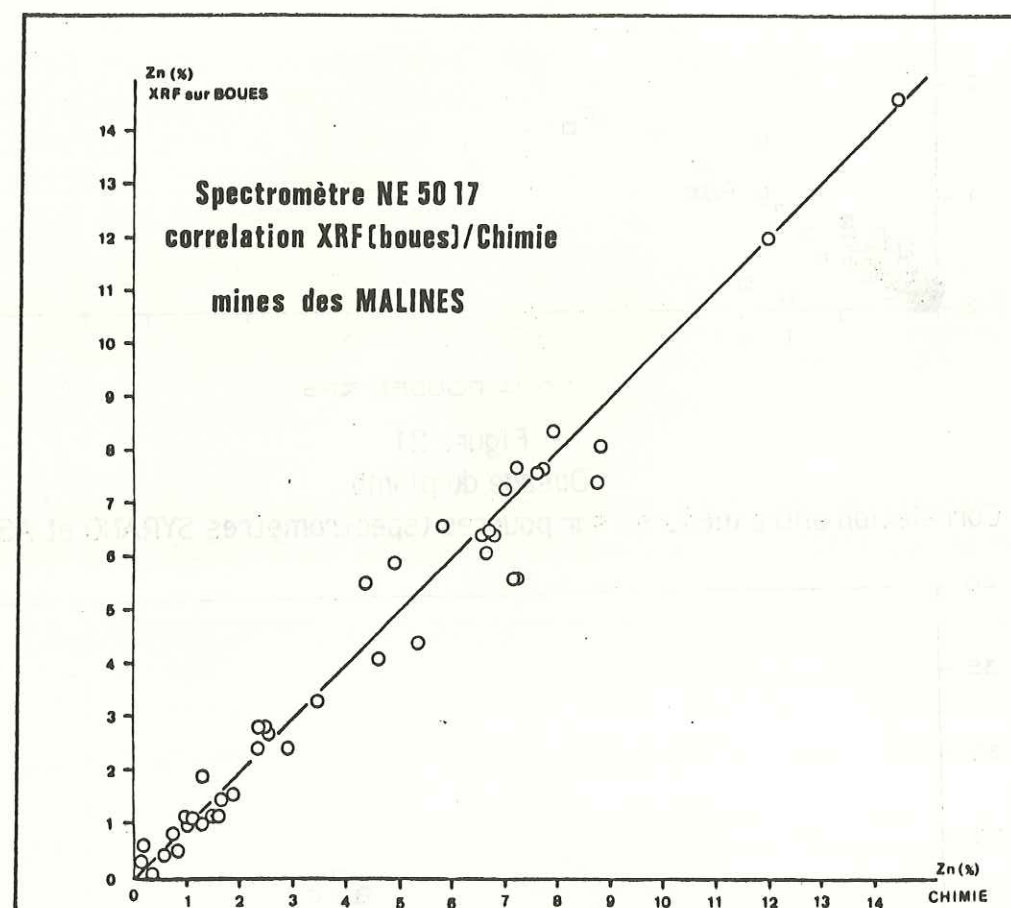


Figure 23

Dosage du zinc :

Corrélation entre mesures sur boues (spectromètre NE 5017) et analyses chimiques. La droite indiquée est la première bissectrice.

Les résultats obtenus sont très démonstratifs et appellent seulement les observations suivantes :

- NE 5017 : comme annoncé au chapitre précédent, on constate que les résultats obtenus sont satisfaisants dans le quartier d'ESPERANCE, pour lequel l'appareil est étalonné. Dans les autres quartiers, les résultats sont de bien moindre qualité.

- SYRANO : sans régulation thermique, on note une forte tendance à la sur-estimation des teneurs en plomb, et donc à la sous-estimation des teneurs en zinc. Avec régulation, ce phénomène diminue très nettement. La dispersion des mesures, liée à l'hétérométrie des boues et à leur taux d'humidité variable, peut être réduite par diverses méthodes (séchage, filtre-presse, pastillage sous presse...). Elle est plus importante dans le cas du plomb que dans le cas du zinc. La condition de non-biais global est respectée (+ 1.8 % relatif pour le plomb, - 1.7 % relatif pour le zinc). Les résultats ne montrent pas de différences significatives de la qualité des mesures dans les divers quartiers de la mine.

- ASOMA : le modèle standard donnait des résultats satisfaisants au laboratoire, mais pas sur le chantier (annexe 4, tableau 6, section 3). Le modèle réalisé pour la mine donne des résultats comparables à ceux de l'analyse chimique. C'est sur ce modèle que sont désormais effectuées les analyses de boues au laboratoire et le contrôle de la marche de la laverie.

Ces résultats montrent que l'on dispose d'un type d'outil efficace pour le dosage du zinc dans les boues de foration. On l'utilisera, dans la dernière partie, pour obtenir les informations nécessaires à l'estimation de la teneur des volées avant abattage.



### 3 - SONDAGES CAROTTES

#### 1 - Principe

De même que l'étude des cuttings et des boues de foration est un point de passage obligé avant de tenter l'estimation de volées en les utilisant, l'étude des sondages carottés sciés constitue une étape entre les analyses d'échantillons préparés et celles d'échantillons bruts (blocs, parements de galeries, fronts de taille).

On trouve de nombreuses expériences similaires dans la littérature. Ce sont essentiellement des géologues anglo-saxons qui ont promu ce genre de procédures ( COX [6], GALLAGHER [10], NIEWODNICZANSKI [23, 24]).

Les principaux métaux analysés dans ces publications sont Cu, Zn, Pb, W, Mo, Sn, Ba et Sr. La figure 24 illustre les résultats obtenus par GROUT et GALLAGHER [12], lors de sondages recherchant du baryum.

La méthode utilisée consiste toujours à réaliser une mesure ou une série de mesures sur la surface sciée d'une demi-carotte et de la comparer (ou d'en comparer la moyenne) à la teneur de l'autre demi-carotte analysée en chimie. Si l'on considère que les problèmes d'étalonnage sont résolus ( $\Delta = f(\text{teneur})$  dans la littérature, ce qui est, comme on l'a vu, critiquable;  $T/\Delta = f(\text{teneur})$  dans notre cas), l'utilisation pratique de cette méthode laisse place à plusieurs causes de divergence entre les deux valeurs :

- différence entre la teneur des deux demi-carottes. Ceci semble assez peu probable, sauf dans le cas de minéralisations très variables (skarns...);

- intervention de la densité. La teneur trouvée en XRF est "volumique" : c'est une fonction du rapport du volume de zinc excité par la source sur le volume total recevant le rayonnement incident.

- en tout point, représentativité de la mesure de surface vis à vis du volume de la carotte. On sait que la surface analysée par l'analyseur NE 5017 est d'environ  $1 \text{ cm}^2$ . Si on n'effectue pas un très grand nombre de mesures ponctuelles très rapprochées, notre perception de l'histogramme des teneurs de la carotte est-elle "juste"?

- validité de la comparaison entre la moyenne des analyses XRF ainsi obtenues et la teneur moyenne d'une passe carottée. Peut-on toujours comparer la moyenne arithmétique de  $n$  prélèvements (mesures ponctuelles) et la valeur d'un unique prélèvement "moyen" prélevé après broyage et quartage d'un volume important ?

Pour répondre à ces deux questions, on a vérifié que diverses séries de mesures, réalisées selon des densités et des géométries différentes, conduisent bien à la même moyenne et à la même image de la loi de répartition des teneurs.

Si ces conditions sont remplies, ce type de mesures présente de nombreux intérêts :

- au point de vue qualitatif, caractérisation d'un type de minéralisation par la mise en évidence de la variabilité des teneurs à une échelle inférieure à celle des passes (figures 24, 26, 27);

- au point de vue semi-quantitatif, choix du découpage optimal des passes à analyser en chimie, en évitant le risque de fausser par un découpage géométrique arbitraire ("tous les mètres", par exemple) la variabilité réelle des teneurs (figure 25).



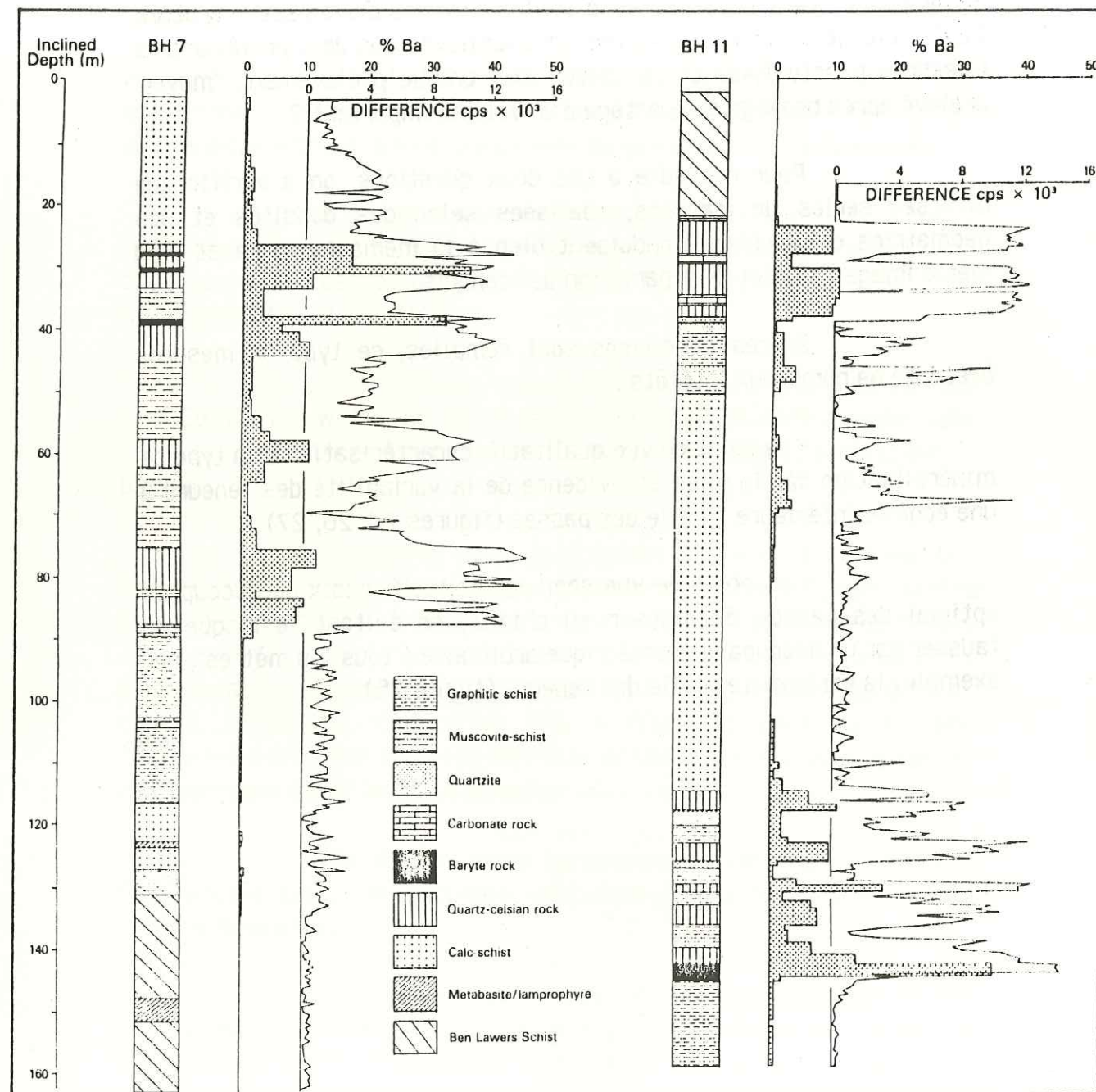


Figure 24

Répartition du baryum dans deux sondages carottés du secteur d'Aberfeldy (Ecosse). Mesures XRF à intervalle de 0.5 mètre, comparées au profil obtenu en chimie (pointillés). D'après GROUT et al. [12]

## 2 - Résultats

### 2.1 - Zinc en présence de Fer

La figure 26 se rapporte à l'aspect qualitatif décrit ci-dessus. Elle permet de comparer deux des types de minéralisations zincifères étudiés.

#### A - Sondage court n°8; Nord-Alès

L'espacement moyen des mesures est 15 centimètres.

Ce sondage illustre la répartition d'un minerai oxydé (smithsonite) dans un ensemble indifférencié de dolomies hettangiennes très altérées, au sein d'une zone d'oxydation de type chapeau de fer (cf. description, 3ème partie, chapitre 2). L'Hettangien plus sain apparaît après la cote 22.10 m.

On note essentiellement la limite très tranchée représentée par le pied de la zone d'oxydation. Au dessus de cette limite, les teneurs sont homogènes, voisines de 3 % Zn. Le pic de teneur, confirmé par l'analyse chimique, n'est pas lié à une variation de faciès observable.

La figure 25 montre l'usage que l'on peut faire d'un tel dépouillement affiné. Sur le profil supérieur a été reporté le découpage des passes analysées en chimie, ainsi que la teneur correspondante. Cette division est purement géométrique, puisque non liée à des variations observées du faciès des carottes. Ce découpage conduit à la mise en évidence d'une passe de 4.20 m à une teneur de 13.6 % Zn dans un ensemble de près de 8 mètres à plus de 6 % Zn.

Le profil inférieur indique les passes à découper pour conserver entières les zones à réponse XRF homogène. On note essentiellement :

- la réduction de la passe riche à 1.5 m de puissance apparente, ce qui remet fortement en cause son intérêt économique ;

- l'individualisation de quatre zones se distinguant à l'intérieur de la zone d'oxydation par leur teneur moyenne et les caractéristiques de la fluctuation des teneurs. On peut les interpréter dans le cadre d'un phénomène de cémentation et faire apparaître les divers types de structuration sur des variogrammes verticaux.



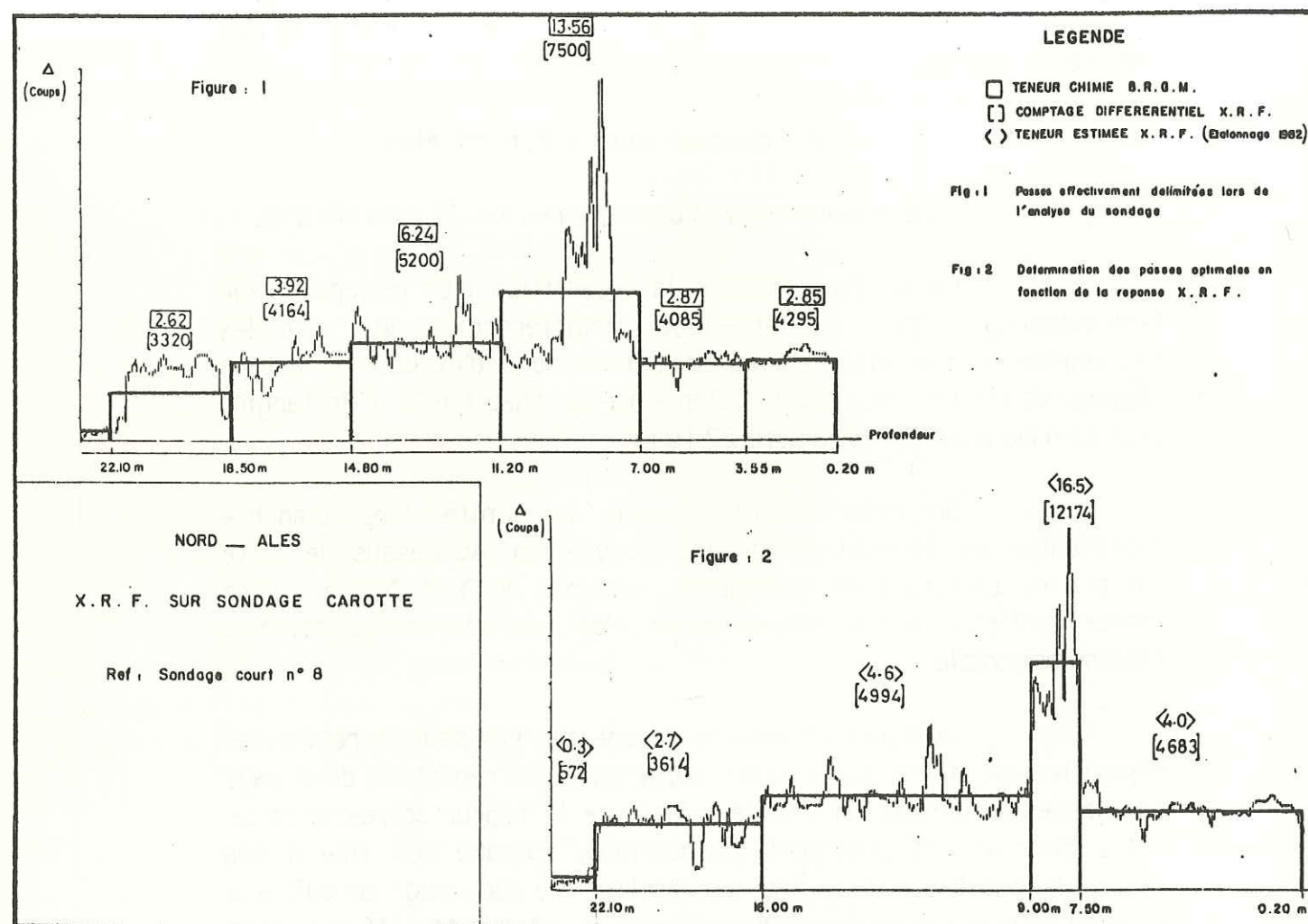


Figure 25

Définition des passes optimales à analyser par voie chimique, au moyen d'un analyseur XRF portable. Prospect de Nord-Alès.

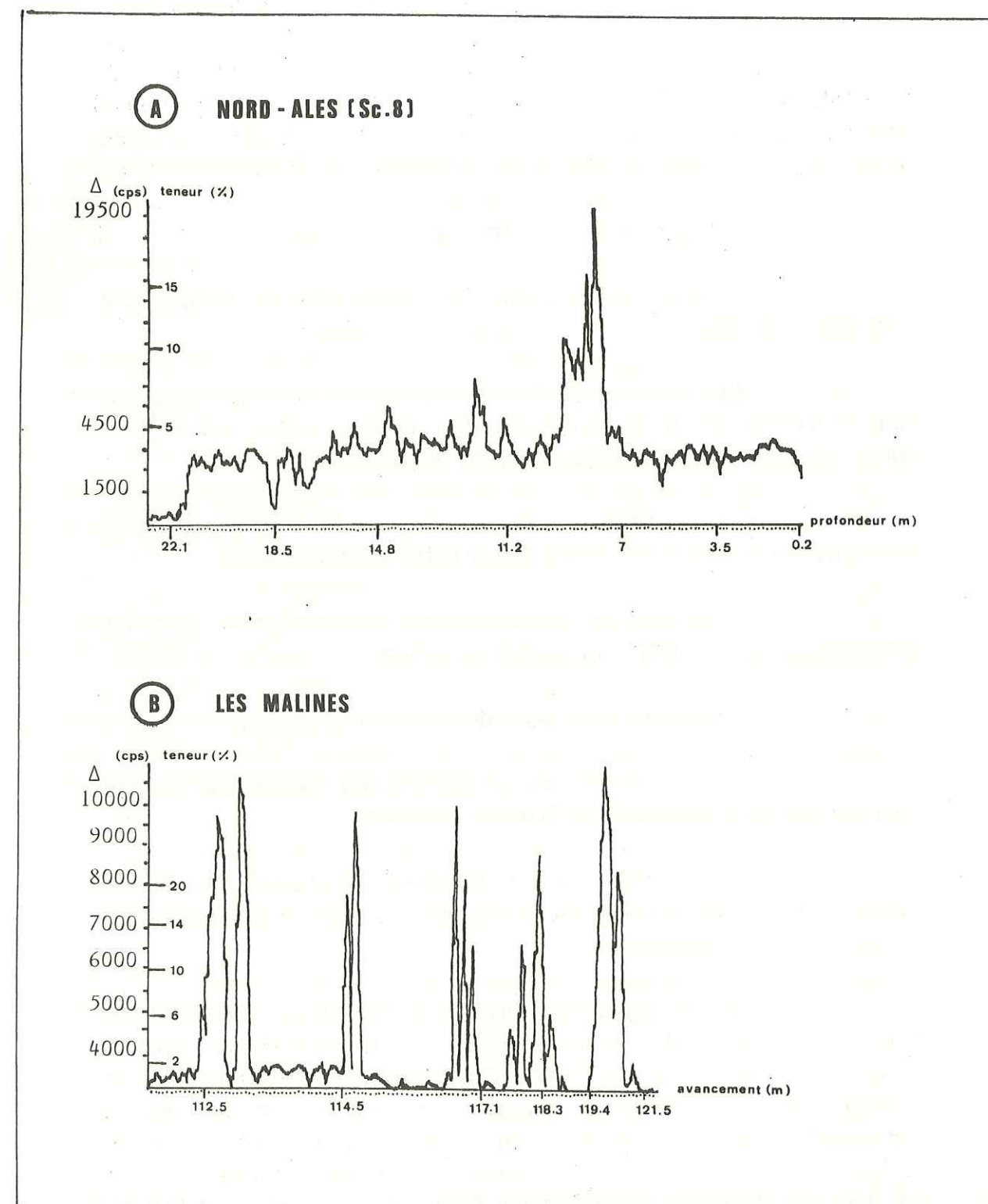


Figure 26

Deux types de minéralisations zincifères décrits au moyen d'un analyseur portable. Mesures ponctuelles sur carottes sciées.

A : sondage court n° 8; prospect de Nord-Alès

B : sondage fond; les Malines; Sanguinède



## B - Sondage Malines

L'espacement moyen des mesures est 10 centimètres.

Le sondage présenté provient du quartier de SANGUINEDE. Il illustre la répartition d'un minerai sulfuré (blende) dans un ensemble de dolomies et schistes noirs disloqués, imprégnés de pyrite. On distingue, à l'oeil nu, deux générations de minerai de zinc :

- une blende claire imprégnant la dolomie ;
- une blende rouge de remobilisation remplissant fissures et géodes.

Les limites de la zone analysée correspondent aux limites d'extension de la blende dans ce sondage : avant 112.5 m et après 121.5 m, seule la pyrite imprègne les dolomies.

La comparaison entre les figures 26 A et B permet de souligner le caractère très différent de cette minéralisation :

- le fond de minéralisation est inexistant dans les dolomies, qui sont stériles la plupart du temps.
- il existe deux types de zones minéralisées :
  - les fissures qui donnent une réponse par tout ou rien sur une seule mesure (114.5 m par exemple) ;
  - les zones bréchiques cimentées par de la blende, parfois litée (minerai dit "karstique"), qui donne des zones plus larges (119 à 121 mètres).

On a longtemps considéré aux Malines (si l'on exclut les "karsts" au sens de VERRAES [33]) la minéralisation comme relativement disséminée et pauvre. Cette pauvreté résulte en réalité (comme dans cet exemple quoiqu'à une autre échelle) de la juxtaposition de très fortes teneurs liées à divers processus de dislocation (karstification, fissuration) et de teneurs nulles ( $< 0.2\%$  Zn) liées aux dolomies recristallisées. Cette constatation est à la base des réflexions sur l'échantillonnage et des essais d'estimation de la teneur moyenne, puis de sélectivité, qui seront développés dans la partie suivante.

## 2.2 - Zinc et Cuivre

Afin de compléter ces expériences sur carottes sciées, quelques essais ont été menés sur le site de Chessy-les-mines (Rhône).

Ce gisement, en cours d'étude par le B. R. G. M., est situé à une vingtaine de kilomètres au Nord-Ouest de Lyon, en bordure des Monts du Lyonnais, où la série métamorphique complexe de la Brévenne est recouverte en discordance par une série sédimentaire mésozoïque.

Les travaux consistaient à l'époque en une descenderie et quelques amorces de galeries de reconnaissance s'enfonçant profondément sous les vieux travaux et traversant le minerai en place.

La reconnaissance a été réalisée, depuis la surface, par dix-sept sondages carottés, dont seules les passes situées sous la discordance ont été analysées par voie chimique.

La minéralisation, à chalcopryrite, pyrite, blende et barytine est décrite comme un amas sulfuré de type "kuroko". Ce mode de gisement conduit à une accumulation "stratoïde" de sulfures massifs, donnant des teneurs élevées en zinc, cuivre et fer (respectivement jusqu'à 20, 10 et 30 % environ). Elle est encadrée par des métavolcanites, acides au mur (tufs et brèches porteuses d'un minerai fissural), basiques au toit.

Au cours de nos essais, deux types de mesures ont été réalisées :

- sur le minerai sulfuré : pré-analyse du sondage S. 16, afin de s'assurer que la répartition des teneurs y conserve les caractères observés dans les 15 sondages précédents.

- sur les formations de couverture : une passe de 1.20 m du sondage S. 14 (analysée isolement) ayant fourni une teneur (par voie chimique) de 15 % Zn, on a procédé à une analyse semi-quantitative rapide (interdistance des mesures 50 cm) sur la quasi-totalité du métrage carotté dans les formations secondaires, afin d'y déceler d'éventuelles minéralisations passées inaperçues.



La totalité des analyses présentées dans les planches suivantes se répartit ainsi :

- sondage CHESSY S. 14 : 165 mesures sur carottes 4 pouces sciées, au pas de 15 cm (cotes 22. 00 à 45. 00). But: retrouver l'anomalie analysée et s'assurer de son unicité.

- sondage CHESSY S. 16 : 55 mesures sur carottes 4 pouces non sciées, au pas de 20 cm (cotes 12. 25 à 23. 85). But : détecter d'éventuelles anomalies équivalant à celle de CHESSY S. 14.

- sondage CHESSY S. 16 : 117 mesures sur carottes 1. 5 pouces sciées, au pas de 20 cm (cotes 108. 65 à 136. 50). But : décrire la minéralisation (fluctuation des teneurs à une échelle inférieure au mètre).

#### a - Minerai sulfuré

La figure 27 illustre l'étude de la partie sulfurée du sondage S. 16. Le tableau 2 donne pour chaque passe individualisée dans les caisses :

- le nombre de mesures réalisées sur cette passe en XRF
- la moyenne des teneurs obtenues.

On y retrouve la physionomie typique du minerai de CHESSY, mise en évidence dans les précédents sondages :

- au toit et au mur, deux zones d'enrichissement en zinc (teneur moyenne voisine de 12 % Zn) : au toit, sur une puissance apparente de 5 à 10 mètres, blende et chalcopryrite sont les seuls minéraux visibles. Au mur, la minéralisation constitue le ciment d'une brèche à éléments acides. On retrouve aussi des lits centimétriques de minerai (pyrite essentiellement) à l'intérieur des formations acides massives à texture d'ignimbrites (flammas, canalicules...).

- entre ces deux zones, le minerai est constitué de pyrite et de blende (teneur moyenne proche de 3 % Zn), sur une puissance apparente de 10 à 15 mètres.

Au point de vue quantitatif, la comparaison entre teneurs chimiques et teneurs XRF se limite aux valeurs globales telles moyennes, surface et forme du profil des teneurs, les passes analysées par les deux méthodes ne coïncidant pas. Les deux profils de teneur sont présentés figure 28.

### SONDAGE CHESSY S16 PREANALYSE DES CAROTTES EN FLUORESCENCE X

Longueur disponible : 27.95 m  
Longueur infirmée : 25.05 m (90 %)  
Mesures : 117

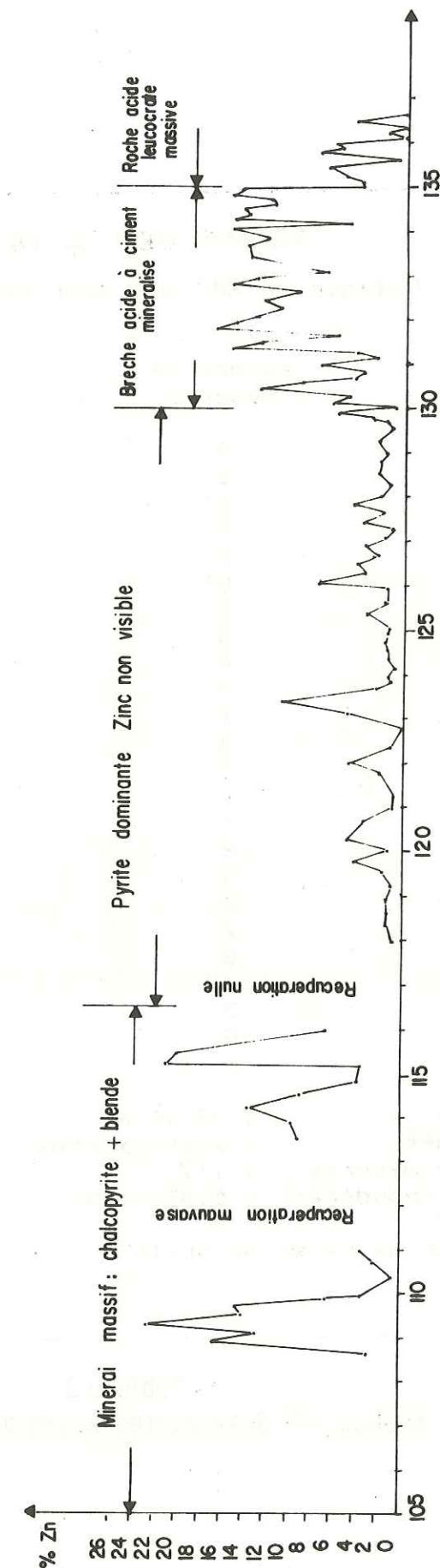


Figure 27  
Sondage CHESSY S.16  
Mesures ponctuelles sur carottes sciées.



# SONDAGE CAROTTE CHESSY S.16

Dosages en XRF sur demi-carottes sciées

Métrage passe (début-fin)	nombre de mesures	teneur Zn (%) moyenne	teneur Zn Chimie
108.65-109.85	7		
109.85-111.00	3	12.86	
111.00-113.50	0*	2.10	
113.50-115.20	6	-	
115.20-115.55	2	7.90	
115.55-115.95	0*	20.50	
115.95-118.55	3	-	
118.55-119.40	3	2.80	
119.40-120.40	4	1.10	
120.40-121.40	3	3.00	
121.40-121.95	1	1.60	
121.95-122.85	3	2.00	
122.85-123.95	5	1.80	
123.95-124.95	6	3.96	
124.95-126.05	4	1.30	
126.05-127.40	8	3.60	
127.40-128.50	5	2.20	
128.50-129.55	4	2.30	
129.55-130.45	7	4.50	
130.45-131.50	8	5.07	
131.50-132.50	6	7.30	
132.50-133.95	7	12.60	
133.95-135.65	14	12.20	
135.65- fin	8	10.00	
		3.20	

longueur totale : 27.95 m  
longueur informée : 25.05 m (90%)  
nombre total de mesures : 117  
teneur moyenne (pondérée) : 5.41 % Zn

\* : récupération mauvaise ou nulle

Tableau 2  
Analyse XRF des carottes sciées du sondage S.16

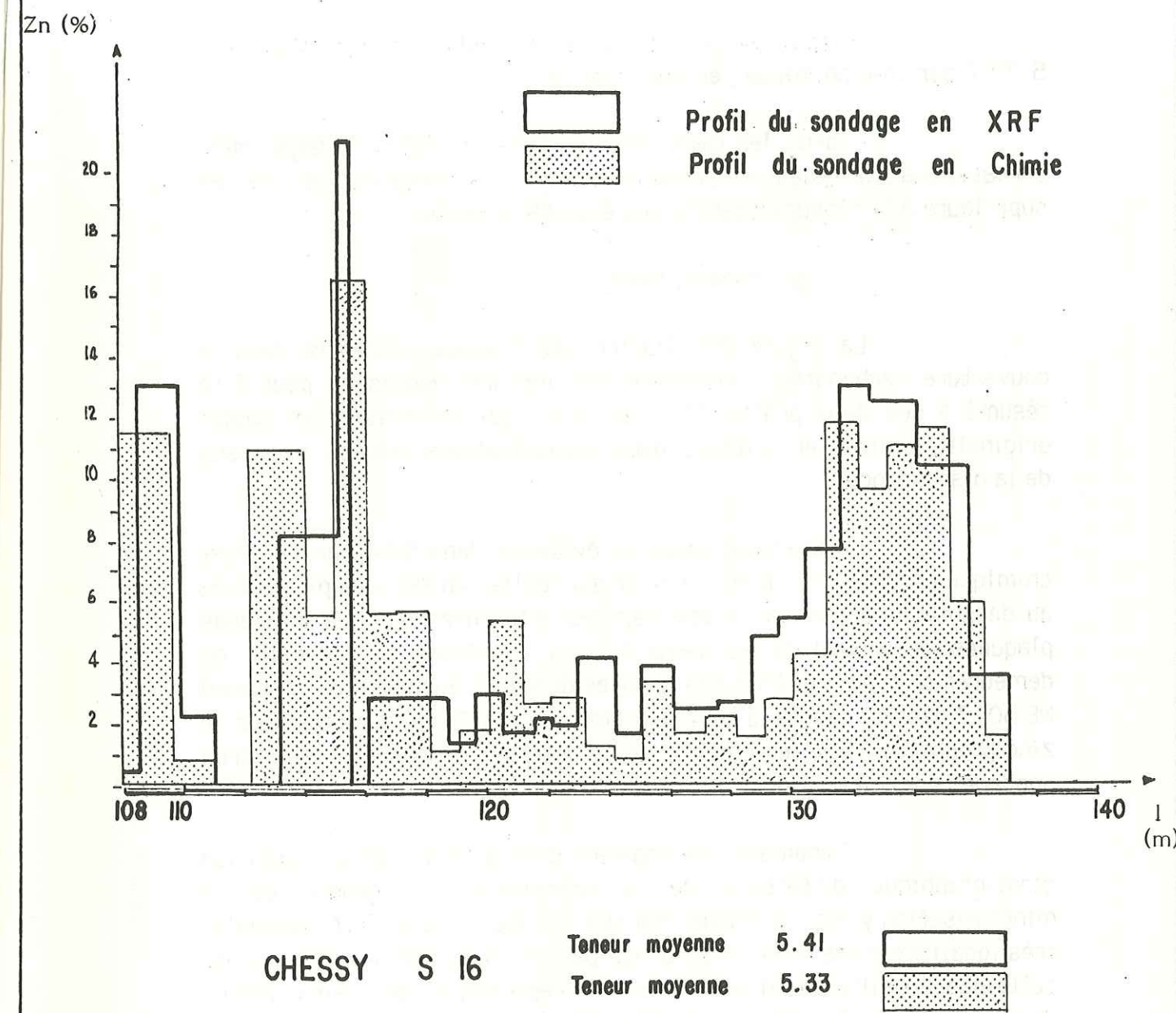


Figure 28  
Profil des teneurs en zinc du sondage CHESSY S.16  
Trait gras : analyse XRF sur carottes; pointillés : analyse chimique.



- les formes sont comparables, malgré des déformations liées au faible nombre de mesures (passes 115 - 116 m. et 121. 40 - 121. 95 m. , en trop mauvais état) et aux légères variations de la teneur en cuivre.

- les moyennes sont presque identiques (5. 41 % en XRF , 5. 33 % par voie chimique , erreur relative +1. 5 %).

- dans les deux cas, les teneurs XRF sont légèrement surestimées : la teneur moyenne en cuivre du sondage est de très peu supérieure à la teneur en cuivre des étalons utilisés.

#### b - Minéral oxydé

La figure 29 illustre les travaux entrepris dans la couverture carbonatée. L'ensemble des mesures réalisées peut être résumé à ces deux profils (S.14 et S.16) qui présentent les seules originalités mises en évidence dans les formations situées au dessus de la discordance.

- l'anomalie mise en évidence dans S.14 par l'analyse chimique apparaît très bien sur le profil réalisé en XRF. Les pics situés au dessus correspondent à des mesures effectuées sur des diaclases plaquées de malachite et d'azurite. Ils illustrent la nécessité de demeurer critique vis à vis des données obtenues au moyen de l'appareil NE 5017 dans le cas de la superposition de pics. Cette zone à teneur en zinc proche de 15 % (en chimie) ne se retrouve dans aucun des autres sondages analysés en XRF.

- l'anomalie qui apparaît dans S.16 occupe une position stratigraphique différente de la précédente. La gangue de la minéralisation y est constituée par une siltite sombre. Cette anomalie très localisée a été mise en évidence par l'analyse XRF. Après étude de cette passée silteuse, il semble qu'elle représente l'équivalent réduit d'une formation plus développée dans d'autres sondages.

- toutes les autres carottes analysées se sont révélées stériles (teneurs inférieures à 0. 3 % Zn).

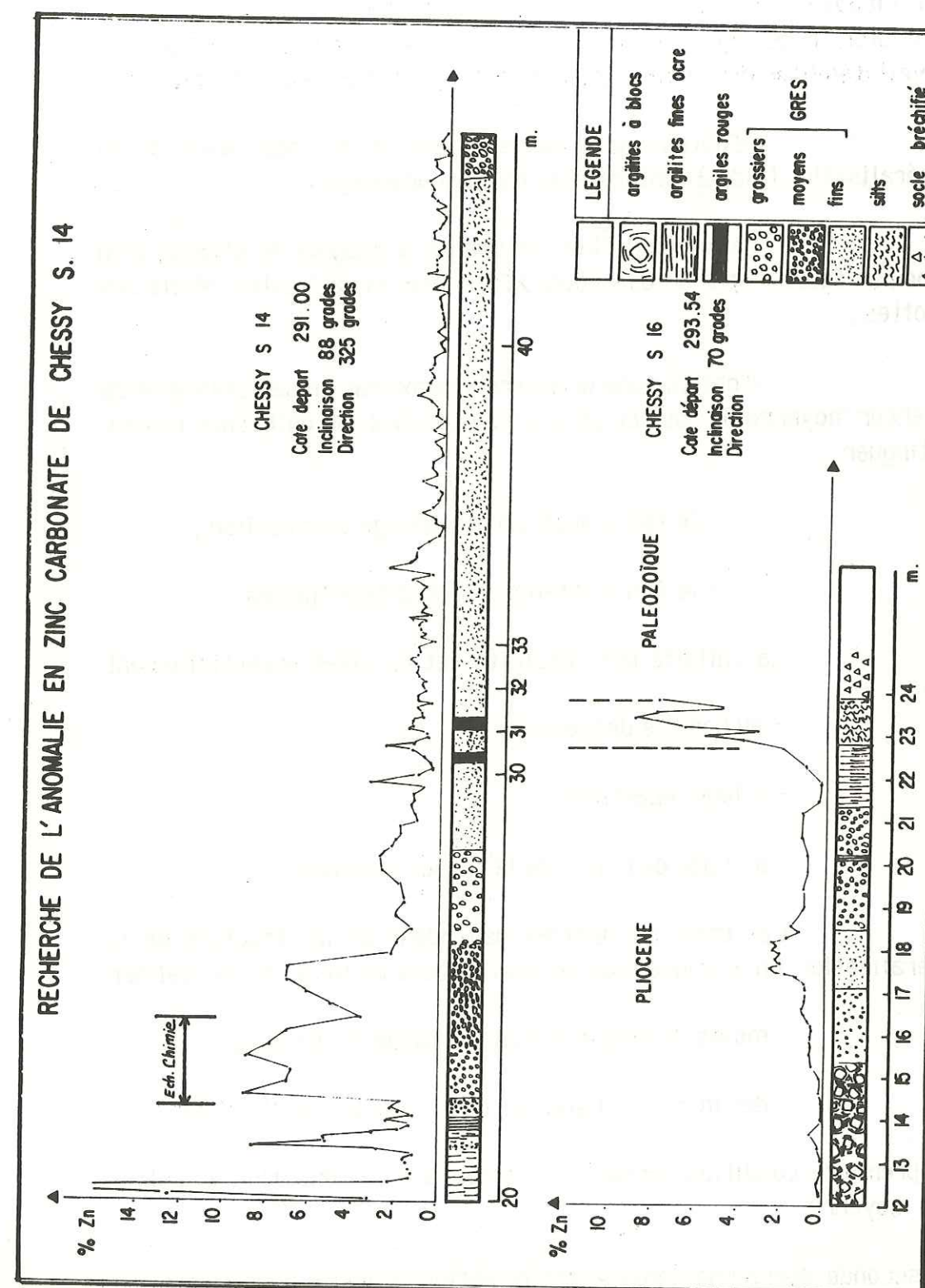


Figure 29  
Sondages de la couverture de CHESY :  
recherche de l'anomalie détectée par voie chimique dans le sondage S.14.



### 3 - Conclusion

Les exemples présentés dans ce chapitre montrent que l'on dispose, avec un analyseur XRF portable, d'un outil capable d'assister le géologue minier lors de la description des sondages. Un travail d'environ deux heures pour un sondage de 50 mètres permet :

- d'obtenir une image fidèle de la répartition de la minéralisation (aide à l'interprétation du sondage) ;
- de mieux définir les passes à analyser en chimie, afin de ne pas fausser, par un découpage arbitraire, la variabilité réelle des carottes ;
- d'obtenir une première approximation satisfaisante de la teneur moyenne de tout ou partie d'un sondage. On doit, dans ce cas, distinguer :
  - le fait d'avoir un étalonnage bien réalisé ;
  - le fait d'obtenir des résultats "justes".

La validité des résultats est en effet essentiellement liée :

- au nombre de mesures ;
- à leur répartition ;
- au mode de calcul de la teneur moyenne.

Ces trois paramètres dépendent de la structure de la minéralisation. En pratique, nous avons toujours veillé à ne pas réaliser :

- moins de cinq mesures par passe à estimer ;
- des mesures distantes de plus de 20 centimètres.
- la première condition permet d'accorder une signification au calcul d'une moyenne ;
- la seconde donne une densité d'information correcte pour mettre en évidence de petites structures (pour faire apparaître une structure de portée 1 mètre, il est important d'avoir un pas de mesure très inférieur à celle-ci).

Au total, une telle utilisation des spectromètres XRF portable permet de produire, dès les phases précoces d'une prospection à petite échelle, des données de bonne qualité, utilisables au mieux lors d'opérations situées en aval (évaluation, calculs géostatistiques...).

On aura donc tout intérêt à la développer dans le cas de minéralisations peu visibles, même si cela implique plusieurs heures de manipulation supplémentaires.



#### 4 - CARRIERE DES ARBOUSSETS : PROSPECT DE NORD-ALES

Cette dernière application illustre l'apport d'un spectromètre XRF portable dans le cas de travaux de reconnaissance effectués au sein d'une minéralisation non visible. Elle fait suite à l'étude du sondage Sc 8 présentée précédemment (page 61).

##### 1 - Situation

L'affleurement étudié est situé à un kilomètre environ au Nord-Ouest d'Alès, sur la colline de Saint-Félix qui domine vers l'Est la ville et vers l'Ouest le vallon du Soulier et ses anciennes mines de fer (cf. figure 30).

Très schématiquement, cette zone appartient au flanc Ouest d'un horst de Houiller (horst de Rochebelle - Fontanes orienté NE-SW) et sa couverture triasique et hettangienne. A cet endroit, les concentrations ferrifères se situent juste au dessus des formations argileuses du Trias supérieur (Rhétien), alors que les minéralisations Pb-Zn sont liées de façon générale aux carbonates à porosité, avec une tendance à se situer près de la surface d'inconformité fini-hettangienne (COUMOUL A. et AUBAGUE M. [5]).

La partie superficielle des dolomies hettangiennes est altérée en un chapeau de fer à base subhorizontale contenant trois niveaux d'amas smithsonitiques semblant résulter d'une remobilisation sous contrôle hydrostatique. On peut relier ces trois niveaux aux altitudes locales des trois principales terrasses interglaciaires.

Le minerai du chapeau de fer se présente comme un sable carbonaté argileux, de couleur uniformément ocre. La smithsonite est le principal porteur minéralogique du zinc. Elle est indiscernable à l'oeil de sa gangue.

Dans les faciès carbonatés sains sous-jacents, on rencontre des remplissages sulfurés de fissures et de cavités.

La carrière ouverte par le B. R. G. M. à la suite d'une série de sondages positifs dans ce secteur se compose de 4 gradins de 30 mètres de long, et 3 mètres de haut, décalés de 3 mètres en profondeur.

Orienté Nord-Sud et centré sur la trace du sondage carotté Sc. 5b, le front de taille met à jour les formations oxydées, argilo-carbonatées et silto-gréseuses qui se développent aux dépens des dolomies grises hettangiennes et lotharingiennes.

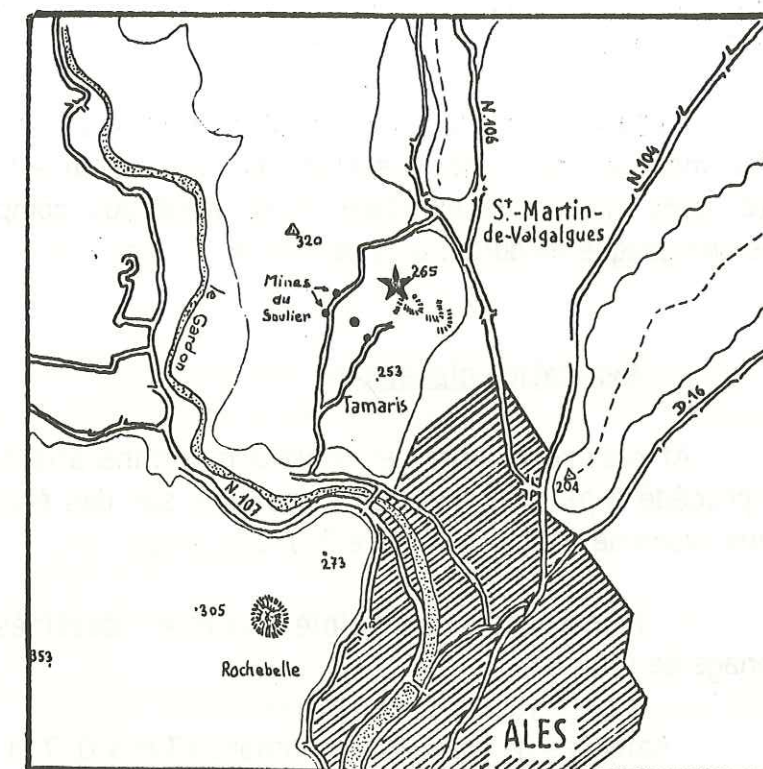


Figure 30  
Localisation de la carrière des Arbussets  
(d'après la carte IGN 1/50000)

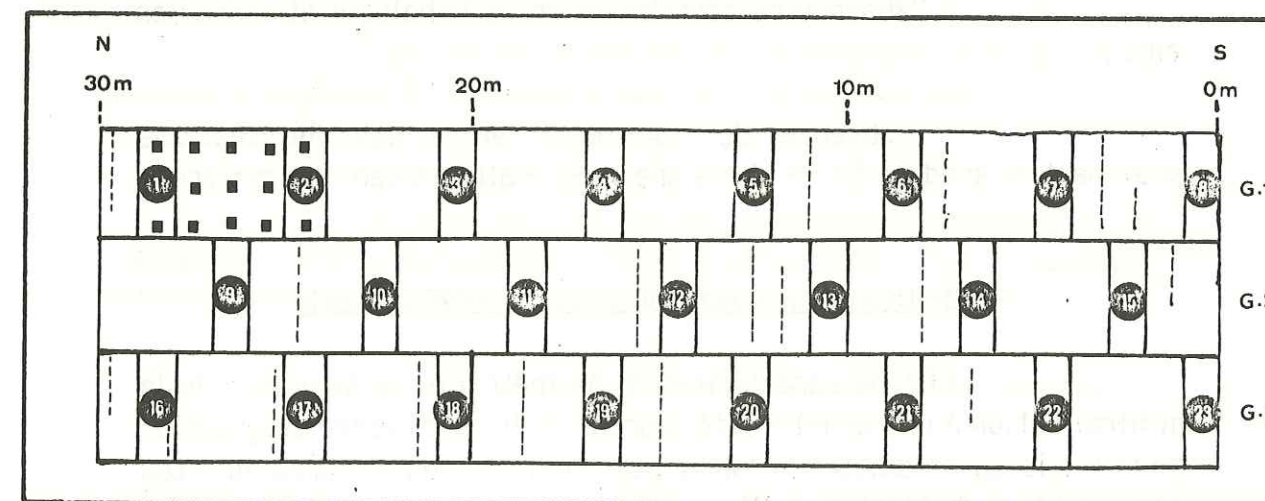


Figure 31  
Localisation et numérotation (cf. tableau 3)  
des saignées réalisées par le B.R.G.M.  
pointillé : échantillonnage "de faciès"  
ronds noirs : échantillonnage d'estimation  
points : mesures ponctuelles en XRF (spectromètre NE 5017)



Les faciès rencontrés sont ocre-jaune, sableux, à clastes dolomitiques, et envahis en masses ou en veines par de la goethite et de la limonite à aspect scoriacé.

L'étude de quelques diffractogrammes et spectres de fluorescence montre une minéralisation formée essentiellement de smithsonite, avec traces de barytine et de minéraux complexes de plomb, dans une gangue de dolomie et de silice.

## 2 - Evaluation classique

Afin de reconnaître et d'évaluer la minéralisation, le B. R. G. M. a procédé à plusieurs séries d'analyses sur des échantillons issus de deux types de saignées (figure 31) :

- rainurages de faible volume destinés à un échantillonnage de faciès.
- saignées de grandes dimensions (3 m x 0.7 m x 0.7 m) réparties régulièrement sur toute la surface du front de taille, pour l'estimation.

L'analyse des résultats obtenus montre, à cette échelle d'investigation :

- l'absence de corrélation entre lithologie et teneur en zinc ;
- l'absence de continuité entre les informations provenant du sondage Sc 5b et les analyses réalisées dans la carrière.

## 3- Utilisation d'un spectromètre XRF portable

Afin de caractériser la géométrie et la structure de la minéralisation à une échelle inférieure à la distance entre saignées, on a utilisé le spectromètre NE 5017 pour réaliser des mesures directes sur la surface du front de taille.

A des fins de reconnaissance, on a réalisé une analyse par mètre carré, sur les 300 m<sup>2</sup> du front de taille.

On obtient par cette méthode une description assez fine que l'on peut comparer aux interprétations géologiques formulées par ailleurs. D'autre part le très grand nombre de mesures réalisées permet de comparer à titre indicatif :

- analyse par voie chimique des échantillons des saignées d'évaluation et moyenne des 3 mesures XRF effectuées dans ces saignées ;
- moyenne des analyses (voie chimique) des saignées d'un gradin et moyenne de la totalité des mesures XRF réalisées sur ce gradin.

## 4 - Résultats

Les figures 32 à 34 présentent :

- une carte des faciès de la carrière (figure 32) ;
- une carte des intensités mesurées en XRF (figure 33) ;
- une représentation simplifiée par classes de teneur de 2 % (figure 34).

Les principaux points mis en évidence sont :

- l'apparition d'une bande minéralisée oblique, d'une puissance moyenne de 9 mètres, traversant la carrière avec un pendage apparent de 20 degrés vers le Nord ;
- la relation existant entre les fortes teneurs et la formation argilo-carbonatée ocre surmontant les dolomies hettangiennes saines, avec concentration au niveau du contact ;
- le double contrôle des anomalies à forte teneur par :
  - la stratification (allongement des auréoles parallèlement aux limites de couches) ;
  - un phénomène phréatique (horizontalité des alignements des mêmes auréoles)

la mise en évidence de ce double contrôle est bien conforme aux hypothèses émises par ailleurs sur la liaison des deux niveaux minéralisés avec les caractères paléo-hydrologiques du lieu (altitude locale des nappes liées aux terrasses glaciaires).



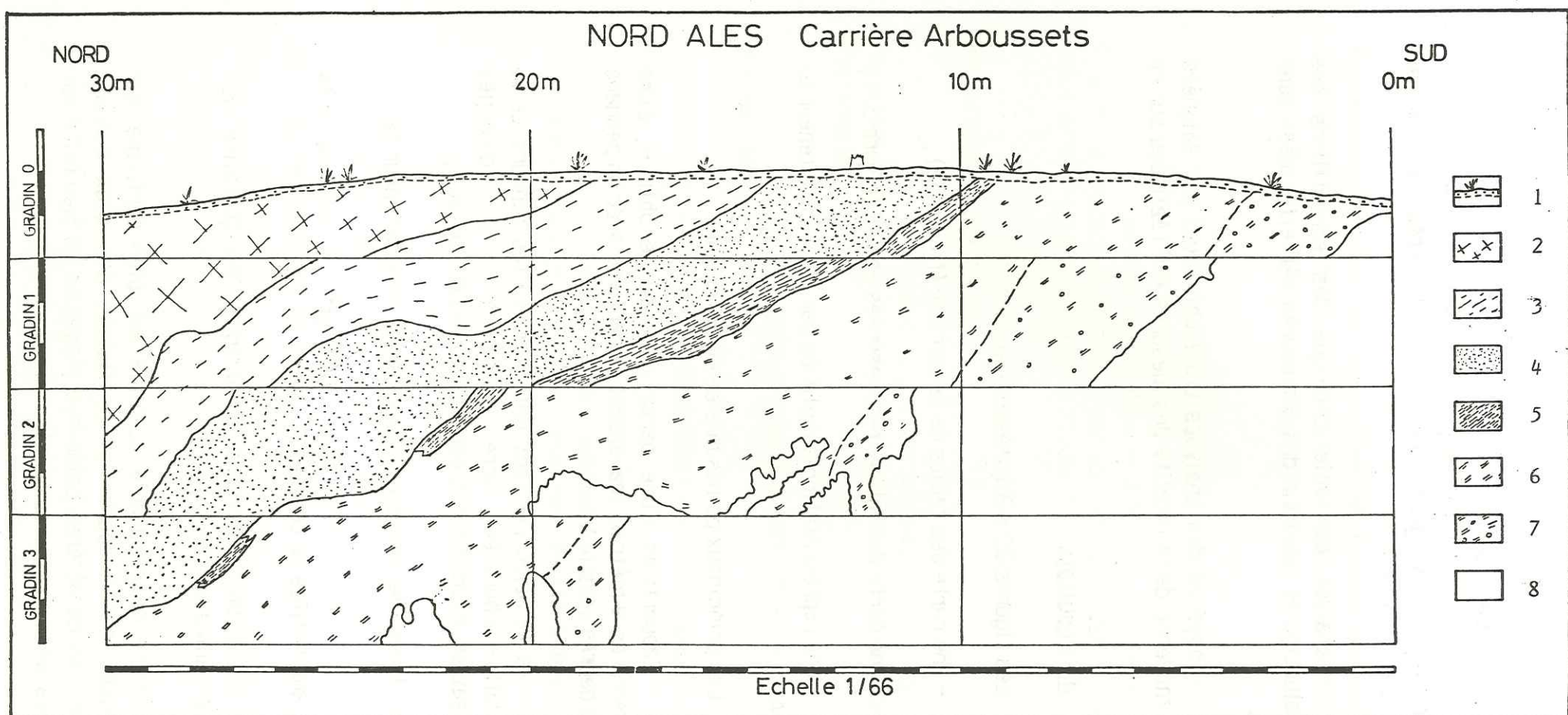


Figure 32  
Carrière des Arboussets : Analyse lithologique du front de taille.

- 1 : Horizon organo-minéral ;
- 2 : Dolomie fine silicifiée ;
- 3 : Dolomie pulvérulente ocre ;
- 4 : Dolomie sableuse ocre ;
- 5 : Horizon argileux sombre ;
- 6 : Sédiment argilo-carbonaté ocre ;
- 7 : Parties scoriacées à goethite-limonite ;
- 8 : Dolomies fines grisâtres.

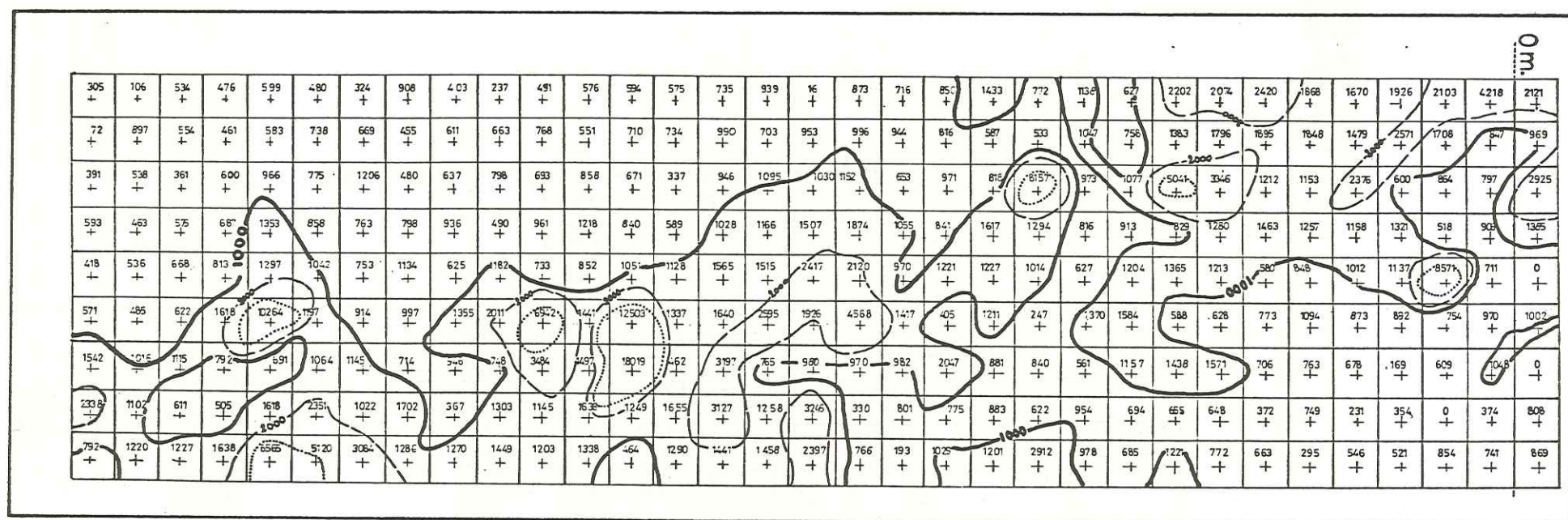


Figure 33  
Carrière des Arboussets  
Répartition des intensités XRF sur le front de taille

Les lignes représentées sont des iso-comptages Δ : trait gras : 1000 cps/sec  
trait fin : 2000 cps/sec  
pointillés : 5000 cps/sec



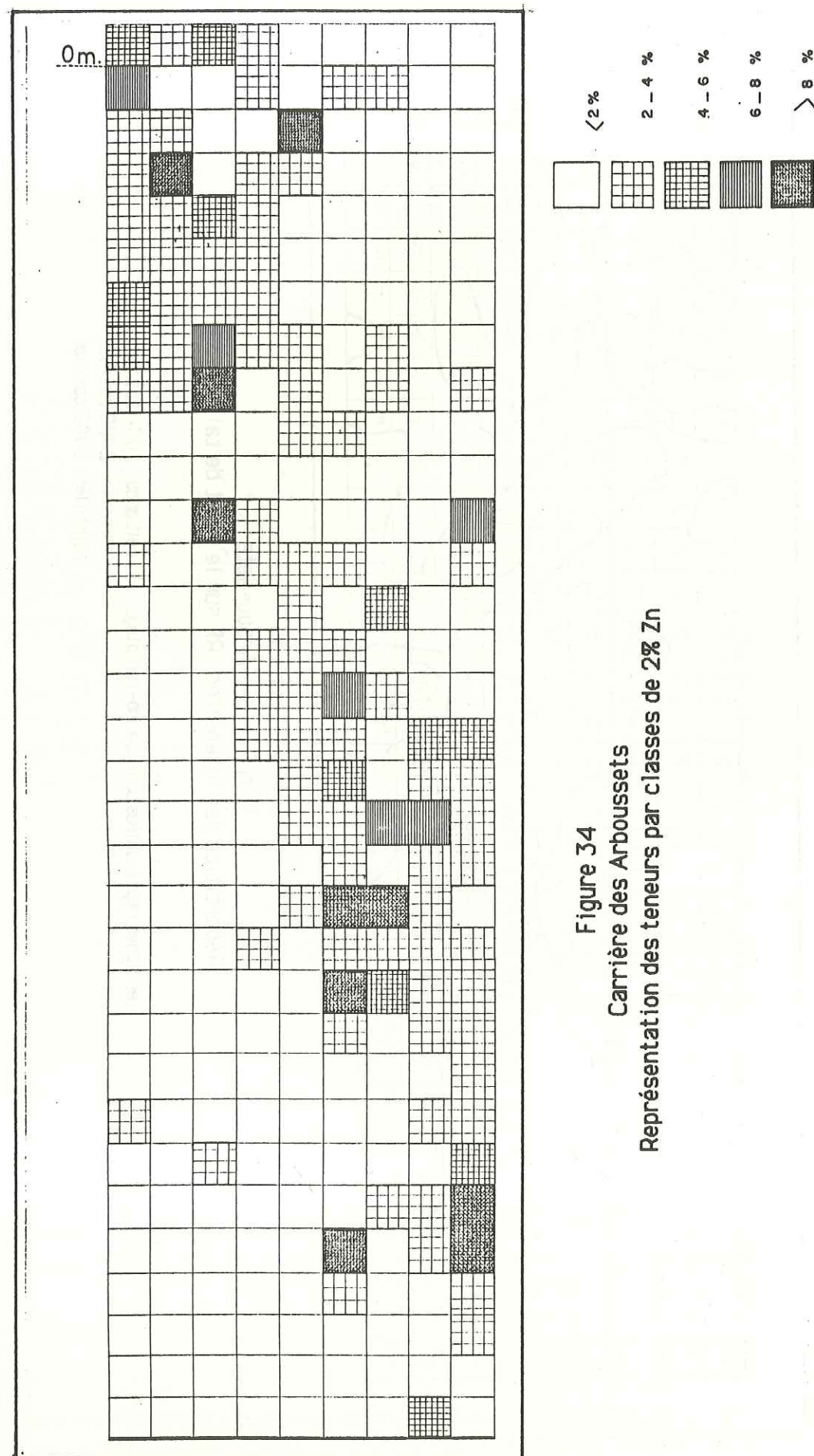


Figure 34  
Carrière des Arboussets  
Représentation des teneurs par classes de 2% Zn

- la faible proportion de teneurs supérieures à 6 % ;
- la disposition centripète des fortes teneurs : 2 à 4 % au toit et au mur, 4 à 6 % dans les zones intermédiaires et 6 à 8 % au coeur de la zone minéralisée ;
- la difficulté à trouver une règle à la répartition des teneurs supérieures à 8 % à l'échelle de précision de ce travail.

#### 5- Moyenne des mesures effectuées

Le tableau 3a récapitule les teneurs obtenues par moyenne des trois mesures effectuées en XRF au fond de chaque saignée d'évaluation.

Le tableau 3b compare :

- valeurs chimiques fournies par le B. R. G. M. (sous forme de la moyenne des teneurs des saignées d'évaluation de chaque gradin ;

- teneur de chaque gradin estimée par XRF : le premier chiffre indique la moyenne des teneurs des saignées (tableau 3a); le second (entre parenthèses) correspond, pour chaque gradin, à la moyenne de toutes les mesures disponibles.

On constate que les valeurs XRF, concernant un plan, sont extrêmement proches des valeurs fournies par voie classique:

- la valeur trouvée à partir des seules mesures "intra-saignées" induit une sous-estimation de 0.2 % Zn, soit un écart relatif de - 9 %.

- l'utilisation du total des mesures disponibles conduit à une surestimation de 0.1 % Zn (soit un écart relatif de + 4 %)

La multiplication des mesures n'apporte donc pas d'amélioration de la précision et on pourrait se contenter des mesures intra-saignées.

On peut lier ce résultat à l'orientation du front de taille par rapport à la couche minéralisée. Les mesures ponctuelles ont été réalisées perpendiculairement aux isohypses de la couche, dans une direction qui paraît celle de plus grande variabilité des teneurs. Dans la direction des isohypses, leur zone d'influence semble s'étendre au delà des 0.7 m. atteints par les saignées les plus profondes.



a) GRADIN 1		GRADIN 2		GRADIN 3	
SAIGNEE	TENEUR ESTIMEE	SAIGNEE	TENEUR ESTIMEE	SAIGNEE	TENEUR ESTIMEE
1	1.0	9	1.6	16	2.0
2	1.3	10	2.1	17	1.9
3	1.2	11	1.8	18	2.2
4	1.4	12	4.6	19	2.0
5	1.3	13	1.6	20	3.1
6	1.3	14	2.0	21	1.7
7	3.1	15	2.1	22	1.2
8	3.4			23	1.8
MOYENNE 1.8		MOYENNE 2.3		MOYENNE 2.0	

GRADIN	CHIMIE B-R-G-M	X-R-F
1	1.7	1.8 (2.0)
2	2.7	2.3 (2.6)
3	2.2	2.0 (2.4)
MOYENNE	2.2	2.0 (2.3)

Tableau 3

a) : teneur estimée de chaque saignée par moyenne des 3 mesures effectuées au fond de celles-ci.  
b) : estimation par gradin. "Chimie BROM" : moyenne pondérée de toutes les teneurs des saignées d'un gradin. "XRF" : le premier chiffre indique la moyenne des teneurs des saignées. Le second (entre parenthèses) indique la moyenne de la totalité des mesures effectuées sur un gradin.

Par contre, cette multiplication améliore beaucoup la définition de l'image de la minéralisation.

### 6 - Conclusion

Dans le cas du prospect de Nord-Alès, qui offre de bonnes conditions de travail et une minéralisation montrant dans le plan horizontal un comportement très erratique, l'application de cette méthode de mesures de surface en XRF permet d'obtenir en une journée :

- une image de la minéralisation ayant une définition intéressante et conforme aux hypothèses génétiques émises par ailleurs ;

- une estimation proche de celle obtenue par des analyses chimiques plus onéreuses et moins rapides, mais néanmoins indispensables.

De plus, l'obtention par cette méthode, de variogrammes traduisant bien le comportement des teneurs (couche de 9 mètres d'épaisseur moyenne à l'intérieur de laquelle les teneurs sont très erratiques) nous a conduit à tenter d'utiliser les mesures ponctuelles en XRF lors d'une étude géostatistique nécessaire à l'estimation de volées entreprise à la mine des Malines, présentée dans la dernière partie de ce travail.



## 5 - CONCLUSIONS A L'ASPECT ANALYTIQUE

L'ensemble des recherches et des essais développés jusqu'à ce stade de l'étude avaient pour but :

- de choisir la méthode d'étalonnage adaptée à chaque opération nécessaire à l'estimation d'un volume avant abattage.

- de montrer comment l'emploi d'un spectromètre XRF portable conjointement avec l'analyse géologique classique peut parfois permettre d'améliorer la qualité des données (analyses chimiques de carottes,...) en vue de leur utilisation future.

- d'évaluer la qualité des résultats obtenus lors de chaque type de mesures, afin de s'assurer de leur "neutralité" lors de l'estimation (absence de biais, de dérive,...)

1 - Tous les appareils utilisés (NE 5017, SYRANO et ASOMA) satisfont les conditions de stabilité et de reproductibilité nécessaires à tout appareil de mesure. Les résultats des tests effectués ne sont pas présentés dans le cadre de ce rapport.

### 2 - Etalonnages :

- on constate que l'étalonnage  $\Delta = f(\text{teneur})$  doit être effectué lors de chaque changement de support ou de matrice. Il ne prend pas en compte les variations d'absorption de cette dernière.

- l'étalonnage  $T/\Delta = f(\text{teneur})$  est proposé à la suite de McCrory et Edmonds [22]. Il permet d'introduire une "correction globale" de l'effet de matrice (pour des effets d'absorption pure). Il demeure sensible à la présence d'un deuxième élément fluorescent détectable par l'analyseur (cas du fer). Le rapport établi est peu sensible à des caractères physiques de l'échantillon tels humidité et granulométrie. L'effet d'éloignement (distance source-échantillon) est réduit jusqu'à des distances de 20 mm environ. Cet effet, allié à la forme de la courbe, provoque des erreurs pouvant être importantes sur la détermination de très fortes teneurs (30 à 40 % Zn).

- l'étalonnage "Abaque"  $T = f(\Delta)$  est une méthode simplifiée de correction des effets inter-éléments. Elle prend en compte les phénomènes d'absorption de la matrice et (en utilisation monoélémentaire) la fluorescence primaire d'un autre élément fluorescent que celui qui est dosé. Les travaux en cours montreront si elle est transposable à d'autres supports que les poudres.

3 - L'utilisation sur poudres, débris de foration et boues conduit à des résultats satisfaisants, si l'on se conforme aux limites d'utilisation définies pour chaque type d'étalonnage. La condition de non-biais indispensable à toute opération d'estimation étant remplie, on peut les utiliser lors de l'estimation de volumes en place.

4 - La généralisation à l'étude des carottes de sondage sciées permet de compléter l'analyse géologique de ceux-ci :

- sur le plan qualitatif : description de la fluctuation des teneurs, choix des coupures à effectuer avant analyse chimique pour ne pas fausser la variabilité réelle des teneurs du sondage,...

- sur le plan quantitatif : estimation de la teneur moyenne de tout ou partie d'un sondage avec une précision satisfaisante pour une première approximation et dans un très court délai, puisqu'une analyse est réalisée en 20 secondes par élément à doser.

5 - L'étude d'un front de taille permet une finesse de description que n'offrent pas les analyses classiques (pour des raisons de nombre de mesures), traduite par la réalisation de cartes de répartition de teneurs précisables à volonté. Dans le cas de Nord-Alès, qui semble particulièrement favorable, la moyenne des mesures XRF réalisées est comparable à celle des analyses chimiques sur saignées.

6 - Mais au total, l'utilisation d'un analyseur du type NE 5017 (monoélémentaire, non dispersif, sans calculateur intégré) est difficilement envisageable de façon industrielle. Elle nécessite de trop grandes précautions d'emploi et des calculs trop complexes. Cet appareil doit être réservé, du fait de ses possibilités de réglage et d'analyse des résultats, à la mise au point de la méthode d'analyse in-situ proprement dit.

7 - Les résultats probants obtenus nous conduisent à souhaiter la réalisation d'un analyseur multiélémentaire de conception moderne et capable de prendre en compte des facteurs physiques tels que granularité et surtout distance source-échantillon, pour permettre la réalisation d'analyses sur échantillons bruts.



Après avoir examiné toutes les possibilités et les facteurs limitant l'emploi in-situ de tels appareils, nous allons maintenant aborder le problème en vue duquel toutes ces recherches ont été entreprises : la description et l'estimation de volumes minéralisés en place, avant leur abattage. On testera deux possibilités en ce qui concerne l'estimation : utilisation unique de mesures XRF de surface et utilisation d'informations intéressant le volume tout entier.

### 3ème PARTIE

## EVALUATION DE VOLEES EN PLACE AVANT ABATTAGE

### APPLICATION A LA MINE DES MALINES ( S.M.M. PENARROYA )

---

#### QUARTIER D'ESPERANCE

#### Résumé :

Dans cette troisième partie, on applique tous les acquis des deux précédentes au problème de l'estimation de la teneur de volées en place.

Le travail réalisé comprend deux axes qui sont abordés successivement, après une présentation de la mine des Malines et une description du quartier d'ESPERANCE permettant de poser le problème :

- Acquisition de données à petite échelle, selon une méthode originale d'analyse sur parements de galeries, pour une étude géostatistique (analyse structurale) constituant l'étape préliminaire indispensable à une étude théorique de l'estimation, de son amélioration et de la possibilité de réaliser une exploitation sélective de portions de volées.

- Expérience d'estimation de 24 volées (45 m<sup>3</sup>, 110 tonnes environ) formant d'une part une étude expérimentale de pré-faisabilité, d'autre part une base de données permettant d'évaluer les caractéristiques de l'erreur d'estimation de la teneur en fonction du schéma d'échantillonnage.

L'estimation se fait en utilisant les boues issues de la foration de la volée, analysées en XRF. La valeur obtenue est comparée à la teneur "laverie" prise comme référence absolue.

On étudie aussi la relation liant la teneur de la surface du front (déterminée en XRF) et la teneur de la volée, dans le but de délimiter l'enveloppe de la minéralisation et d'effectuer une analyse rapide, indicative, avant le début de la perforation.



## 1 - INTRODUCTION

Situé à l'extrême Sud-Est du Massif Central, à 45 kilomètres au Nord-Ouest de Montpellier, le district minier des Malines est lié à la discordance des formations mésozoïques de la bordure sous-cévenole sur les formations du socle paléozoïque, élevées ici en un horst d'importance régionale : le horst de Saint-Bresson.

Sur ce site, connu depuis la période gallo-romaine, la mine exploite industriellement depuis 1885 plusieurs gisements issus d'une minéralisation à blende-galène-pyrite-barytine liée à des phénomènes paléokarstiques. Ces phénomènes, superposés à des minéralisations antérieures (amas stratoïdes...), confèrent à l'apparition du minerai un caractère discontinu et "aléatoire", tant à l'échelle centimétrique que décamétrique.

C'est ce caractère de discontinuité et de variation perpétuelle, pouvant même apparaître au sein d'un volume restreint (une même volée), qui justifie pleinement le besoin d'une quantification rapide et fiable de la teneur de chaque bloc mis en exploitation.

L'étude a été menée dans un quartier en cours de traçage (reconnaissance à la base de la minéralisation) : ESPERANCE. La perforation y est réalisée dans des galeries de section  $5 \times 3 \text{ m}^2$  par des "jumbos" (minipantofore) équipés de tiges de 3 mètres. Chaque volée exploitée représente donc au plus  $45 \text{ m}^3$ , soit environ 110 tonnes de tout venant.

La méthode d'échantillonnage pratiquée jusqu'en 1983 à la mine des Malines était la suivante (elle est désignée par la suite par le terme "boues classiques") :

Lors de la perforation de la trentaine de trous nécessaires au tir, on recueillait la totalité des boues produites dans une rigole creusée au pied du front, à même le sol. A la fin de l'opération, le perforeur mélangeait le tout et prélevait un échantillon d'environ un kilogramme. Ce prélèvement était analysé par voie chimique (complexométrie et absorption atomique) au laboratoire de la mine. Le résultat était connu dans le courant du "poste" (demi-journée) suivant. Entre temps, la volée avait été abattue et attendait d'être aiguillée vers les stocks à minerai ou stérile.

Les essais entrepris montrèrent vite que cette méthode était sujette à un biais important pour des teneurs supérieures à environ 4 % Zn, conduisant à une surestimation systématique de la teneur des volées abattues.



Cette surestimation était due principalement à la mauvaise qualité de l'échantillon recueilli.

L'amélioration de la sélectivité (au sens large) de l'exploitation nécessite :

- l'amélioration de la qualité de l'information sur laquelle se basera l'estimation de la valeur économique d'une volée (échantillonneur automatique mis au point par la mine des Malines, permettant de recueillir les boues de foration trou par trou);

- la réduction du délai d'analyse, afin que des frais inutiles ne soient pas engagés sur des volées non rentables (utilisation d'un spectromètre de fluorescence X portable au fond pendant la perforation);

- l'amélioration de la qualité de l'estimateur d'une volée et son élaboration dans un but donné (optimisation de la teneur moyenne, du bénéfice conventionnel,...).

Les travaux en cours actuellement tentent de mieux estimer, à partir de la même information, des parties de la volée, afin de pouvoir éventuellement pratiquer un tir sélectif ( C. KAVOURINOS [18]).

## 2 - LE QUARTIER D'ESPERANCE

Sur le site des Malines, divers gisements ont été exploités, artisanalement depuis le 11<sup>ème</sup> siècle après J. C, industriellement depuis juste 100 ans.

Les travaux, commencés autrefois dans les dolomies bathoniennes à la recherche d'amas calaminaires, s'enfoncent maintenant dans le substratum paléozoïque. On exploite dans trois quartiers des gisements sulfurés liés aux phénomènes karstiques (s. 1) superposés à la fracturation tardi-hercynienne : il s'agit de LA SANGUINEDE, MONTDARDIER et ESPERANCE.

C'est dans ce dernier, alors (1983-84) en cours de traçage à la base de la minéralisation, que nous avons mené notre étude.

### 1 - Structure du quartier

Le quartier d'ESPERANCE est le plus récent des trois secteurs exploités de la mine des Malines. Il se situe à proximité des installations de surface, au Sud de la zone des Malines, à l'exact aplomb du pic d'Anjeau (862 m). On y accède par un travers-banc sub-horizontale d'environ 800 mètres, qui traverse les formations mésozoïques pour atteindre une culmination de dolomies cristallines paléozoïques.

A cet endroit, le socle dessine en effet un dôme allongé grossièrement NE-SW, découpé par un réseau de failles N40 et N110 et présentant lui-même deux sommets et un "col". Dans la partie Est du quartier, ces directions de fracturation tournent jusqu'à atteindre N150.

Cet ensemble est scellé par des marnes noires triasiques qui s'invaginent dans le socle à la faveur des fractures principales (figure 36).

A proximité du contact avec le Trias, le socle est démantelé et forme un chaos de blocs dolomitiques cimentés par des produits argileux résiduels verdâtres et souvent bitumineux.

On trouve, axées sur les fractures principales, de grandes cavités karstiques remplies, à ESPERANCE, de blocs dolomitiques cimentés par de la dolomie ou de la barytine. La base de ces cavités est parfois très minéralisée (figure 36) et traduit des circulations tardives.



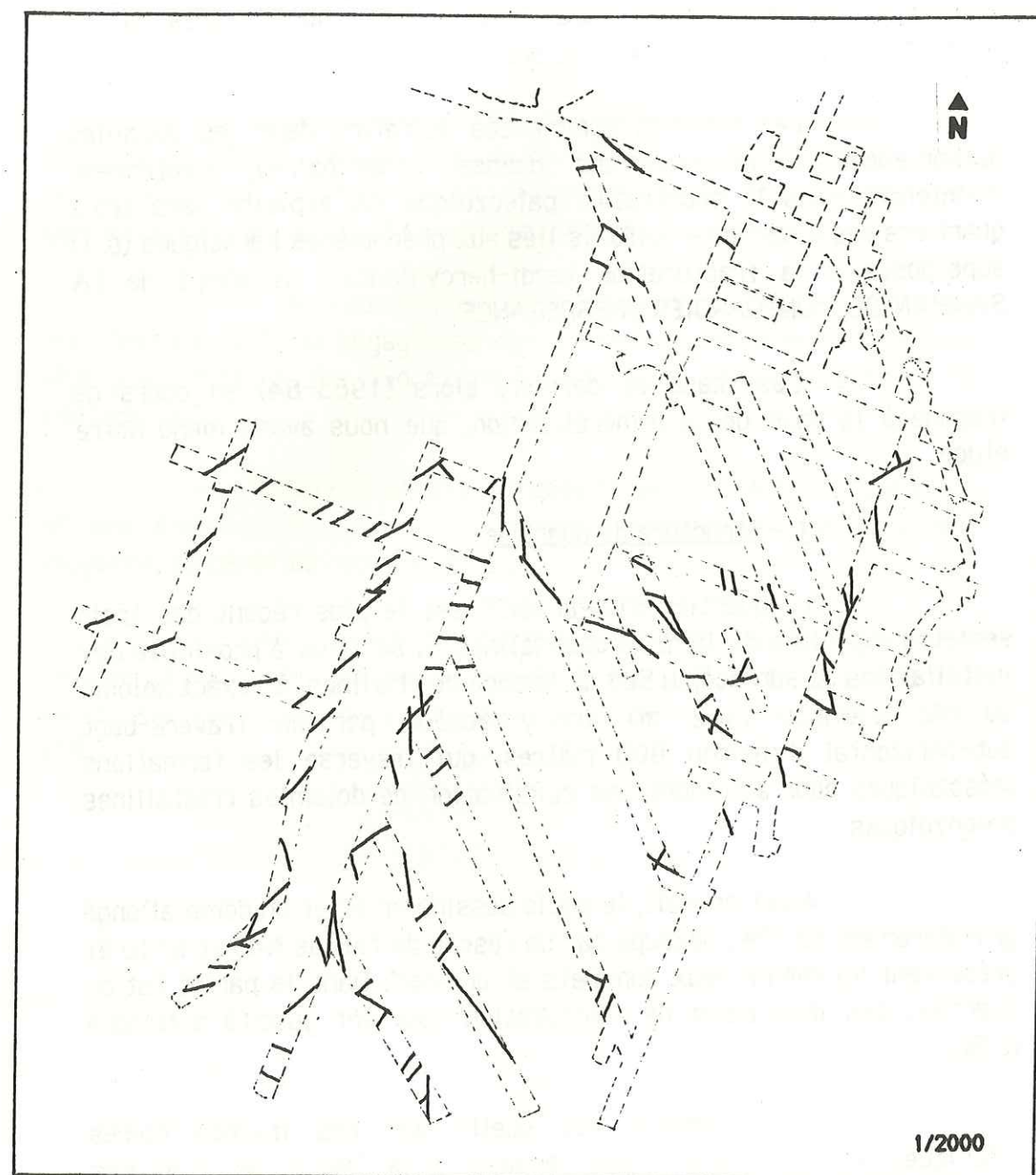


Figure 35  
Quartier d'Espérance.  
Localisation des principales fractures.

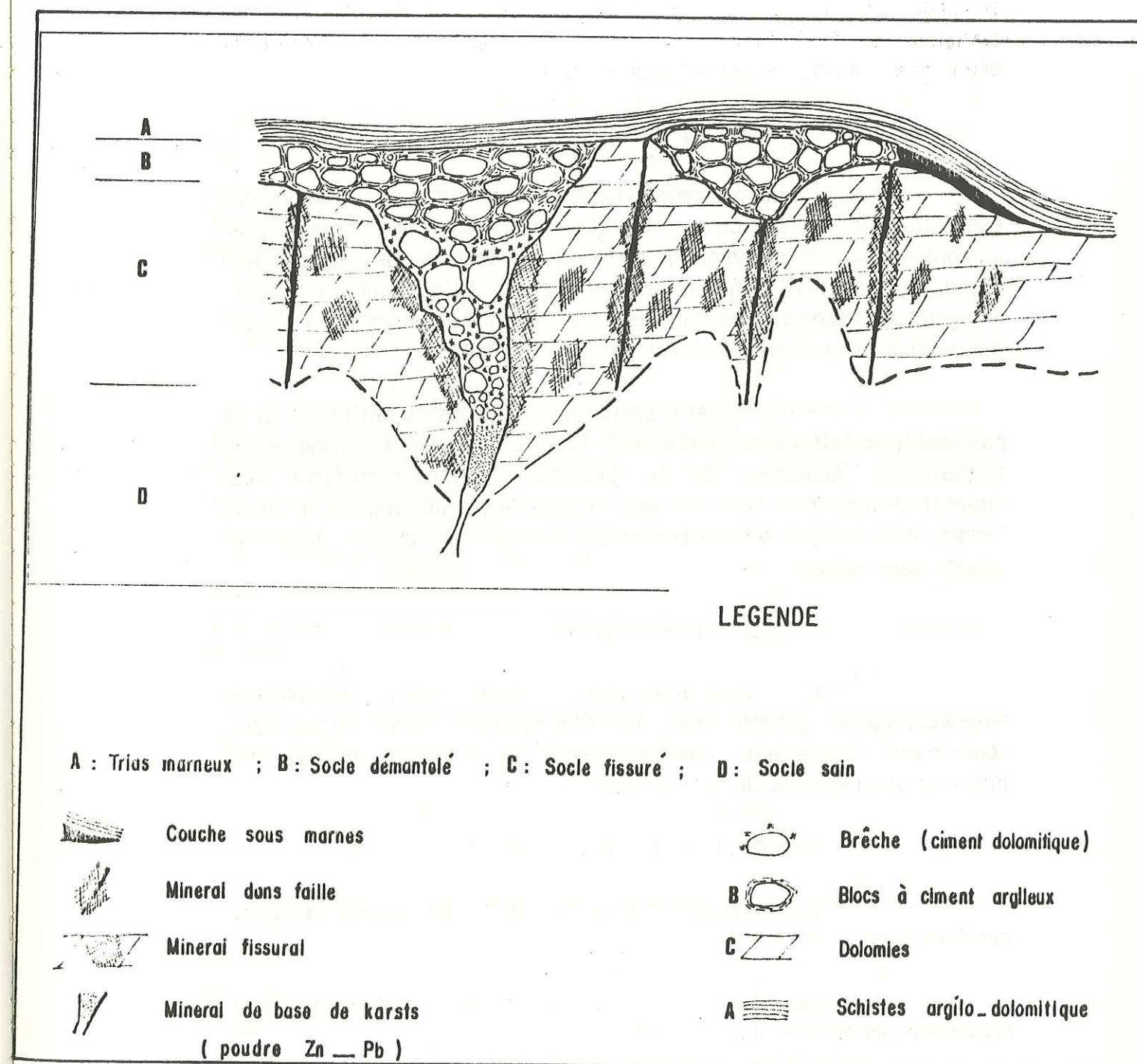


Figure 36  
Quartier d'Espérance.  
Répartition schématique des minéralisations.



## 2 - Minéralisations

Il existe plusieurs types de minéralisations superposés au schéma structural décrit précédemment. L'étude géostatistique envisagée de tout ou partie du quartier impose de les considérer séparément, au moins dans un premier temps.

### 2.1 - Au contact du Trias

a - une minéralisation stratoïde, d'imprégnation, visible essentiellement à l'Est du quartier. La pente du contact semble exercer un contrôle sur la présence de cette minéralisation. La blende rosé à jaune, extrêmement fine, remplace presque totalement la "roche-magasin". Les teneurs rencontrées sont très fortes (jusqu'à 18 %), sur des puissances pouvant atteindre plusieurs mètres.

b - une minéralisation des "brèches et cailloutis de la paléosurface d'altération" (VERRAES, [33]). La porosité en grand de ces formations, localisées à de petites cuvettes, contient une minéralisation très variable, sous forme d'encroûtements à (dans l'ordre décroissant d'importance) pyrite, blende, galène, barytine, bitume, bournonite.

### 2.2 - Dans le socle

Ces minéralisations, liées aux phénomènes paléokarstiques guidés par la fracturation tardi-hercynienne, constituent la majorité des ressources du quartier, de par leur importance en volume. On les rencontre :

- dans des fractures plus ou moins élargies ;
- dans des cavités et des conduits axés sur certaines de ces fractures ;
- dans des fissures millimétriques à centimétriques à proximité des entités précédentes ;
- le long des plans de stratification ou de schistosité lorsqu'ils sont le siège d'une dissolution.

a - dans les fractures plus ou moins élargies :

Ces fractures ont une ouverture variant de quelques centimètres à plusieurs mètres.

Les moins larges sont comblées par un minéral à blende - galène - pyrite rare. Lorsque des vides plus importants apparaissent (toujours à l'échelle centimétrique ou décimétrique) ils sont remplis par l'association barytine - bitume - pyrite. Ceci est le cas de très nombreuses fractures N40 et N110 de la partie Ouest du quartier (entrée de l'Allée 23, parements de l'Allée 18 Nord...). Dans ce cas c'est la fracture elle-même qui est porteuse du minéral. Les lèvres montrent une imprégnation de sphalérite rapidement décroissante lorsqu'on s'en éloigne.

Les plus larges sont remplies de produits résiduels (argiles de décalcification) ou de sédiments lités. La fracture elle-même est stérile, mais ses lèvres (parfois une seule des deux) sont très riches en blende sous forme d'une intense imprégnation ou du remplissage de fissures d'échelle inférieure (cas du carrefour R 4 Sud - Allée 27). Sur les plus importantes de ces fractures sont axées les zones démantelées évoquées plus haut, formées de chaos de blocs dolomitiques enrobés d'argiles vertes, le tout très souvent imprégné de bitumes.

Ces réseaux de fractures découpent grossièrement le quartier en blocs d'environ 10 mètres de côté.

b - dans les cavités axées sur les fractures :

Ces cavités semblent s'organiser le long de fractures majeures, en particulier les accidents N40 (dans le cas de la R 4 Sud, de la D 56). Elles sont remplies par des amoncellements de blocs dolomitiques (brèches d'effondrement) dont le ciment peut être barytique (R 4 Sud) ou dolomitique (R 9 bas). Dans la cavité proprement dite, le minéral, s'il existe, se trouve à la base, sous forme d'accumulations de sphalérite et de galène pulvérulentes. On peut atteindre dans ce cas des teneurs très fortes (supérieures à 40 % Zn) mais avec des volumes peu importants.



Les parois des cavités et les premiers mètres des dolomies encaissantes sont le siège de phénomènes d'imprégnation ou de remplissage de fissures pouvant apparaître sur plusieurs dizaines de mètres.

A la date de cette étude, il n'est pas possible de décrire une organisation de ces cavités dans l'ensemble du quartier, car trop peu d'entre elles ont encore été touchées par les galeries.

c - dans les fissures millimétriques à centimétriques :

Ce type de minéralisation est le plus répandu en volume dans le quartier d'ESPERANCE. La fissuration des dolomies est extrêmement intense, l'interdistance de ce type de discontinuités variant de quelques centimètres à une dizaine de centimètres.

Dans les zones que nous avons étudiées, le remplissage est constitué, selon la direction de la fissure :

- pour les fissures d'orientation N40 et N110 : presque exclusivement par un encrouement de blende de remobilisation (orange foncé ou rouge), éventuellement par de la barytine lorsqu'un vide un peu plus important a été rempli.

- pour les fissures N150 : presque exclusivement par de la pyrite, encore accompagnée de barytine.

Dans toutes ces fissures la galène est extrêmement rare.

d - dans les plans de stratification ou de schistosité :

Ces discontinuités montrent fréquemment (toit et parements de la R 6 haut, par exemple) des phénomènes de dissolution. Les très petites cavités ainsi créées, ayant au plus 1 ou 2 centimètres d'ouverture, sont remplies de barytine à laquelle est associée un peu de blende automorphe rouge sang ou noire, accolée aux épontes.

L'interdistance moyenne de ces discontinuités est voisine de 30 à 40 centimètres.

### 3 - Conséquences sur la suite de l'étude :

Le but de cette étude étant l'estimation de volées appartenant aux traçages, et ceux-ci s'effectuant dans la partie fissurale du gisement, on doit effectuer un tri des informations de tous types (passes des sondages carottés, teneur des boues de foration) de manière à éliminer celles liées aux cavités (le type b).

On évitera ainsi de masquer les structures de la minéralisation fissurale par l'introduction de teneurs de caractéristiques tout à fait différentes (moyenne, variance).



### 3 - ORGANISATION DE L'ETUDE

Cette étude d'estimation de la teneur d'une volée doit être divisée en deux parties :

- la première concerne l'élaboration d'un modèle de la variabilité des teneurs dans le quartier étudié et sur les différents supports nécessaires à l'étude. Cette opération géostatistique s'appelle "analyse structurale". Le modèle obtenu est par la suite destiné à l'étude des problèmes posés par le choix d'un estimateur et la mise en oeuvre d'un critère de sélection.

- la seconde concerne la réalisation d'une expérience permettant :

- de vérifier la validité du modèle sur des cas réels;
- d'évaluer expérimentalement les caractéristiques de l'erreur d'estimation de la teneur d'une volée en fonction du schéma d'échantillonnage choisi.

Cette expérience permet de mettre en oeuvre deux possibilités d'utilisation des spectromètres portables :

- l'évaluation de la teneur moyenne du front au moyen d'un grand nombre de mesures ponctuelles réalisées en surface, et sa comparaison avec la teneur de la volée ;
- l'évaluation de la teneur moyenne de la volée en utilisant comme information la teneur des boues prélevées dans quelques trous lors de la perforation.

### 4 - ANALYSE STRUCTURALE

L'analyse structurale d'un phénomène régionalisé est l'ensemble des études qui contribuent à élaborer un modèle caractéristique de cette régionalisation. Cet outil structural est le variogramme. Le lecteur non familier du vocabulaire et des buts de la géostatistique en trouvera en annexe 5 une présentation inspirée de JOURNEL [17].

#### 1 - Information disponible

##### 1.1 - Sondages carottés

A la date de cette étude, le quartier d'ESPERANCE était reconnu par 23 sondages de diverses directions et inclinaisons, forés à partir des galeries d'exploitation. Ces sondages sont analysés par voie chimique sur des tronçons de carottes de longueur à peu près constante. La majorité d'entre elles ont une longueur de 1 mètre, le reste variant entre 1.5 et 3 mètres. La longueur informée de ces sondages varie entre 8 et 86 mètres (figure 37).

Ce type d'information est nécessaire car il permet d'étudier la structure de la minéralisation à des distances supérieures à 1 mètre sur une zone étendue (ensemble du quartier).

##### 1.2 - Mesures ponctuelles

Pour étudier la structure à une échelle inférieure à 1 mètre, nous avons réalisé (à l'aide du spectromètre portable NE 5017) 15 séries d'analyses ponctuelles représentant 1300 points acquis au pas de 12.5 centimètres (on dispose ainsi de 8 pas pour atteindre 1 mètre, ce qui permet de cerner avec précision une structure de portée voisine de cette longueur).

Pour obtenir les données nécessaires, on réalise dans les galeries sélectionnées des séries de mesures selon des lignes horizontales et verticales.

Lors d'un premier passage, on effectue les mesures au pas de 50 centimètres, et on relève les particularités minéralogiques et structurales du parement, en vue de l'analyse des résultats.

Deux autres passages permettent ensuite l'acquisition des données à 25 et 12.5 centimètres : quelques points sont repris d'un passage sur l'autre afin de vérifier l'homogénéité des séries.



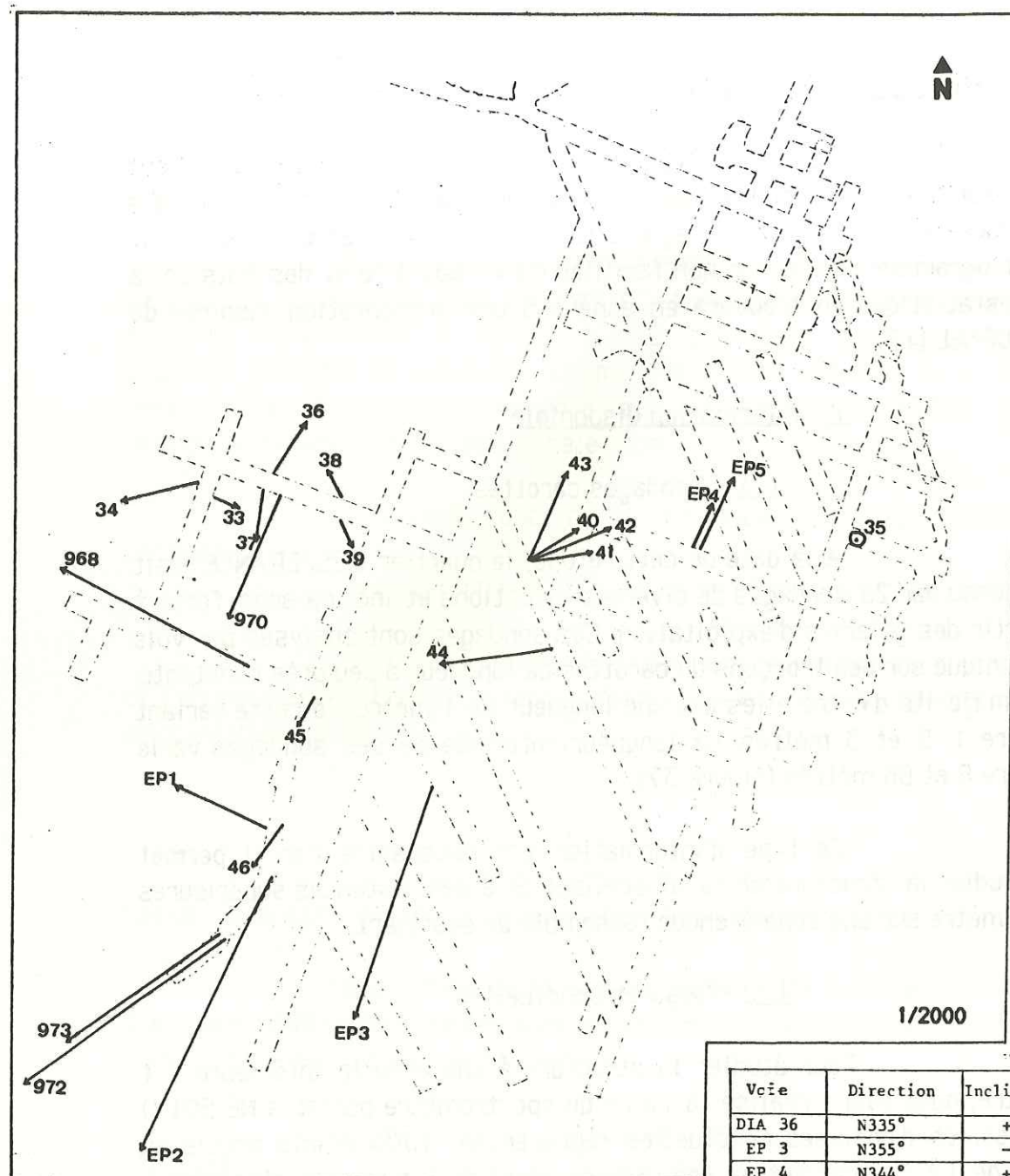


Figure 37  
Quartier d'Espérance.  
Localisation et caractéristiques des sondages  
utilisés pour l'analyse structurale.

Voie	Direction	Inclinaison	longueur(m)
DIA 36	N335°	+ 30°	14
EP 3	N355°	-10°	58
EP 4	N344°	+40°	27
EP 5	N344°	+20°	29
EP 2	N5°	+11°	86.50
DIA 37	N7.5°	+20°	19.50
DIA 43	N25°	+23°	36.50
S 970	N20°	-20°	27
S 972	N41°	+20°	59
DIA 34	N116°	+30°	24.50
DIA 44	N109°	+10°	41
S 968	N110°	+0°	56.50
S 973	N138.5°	+45°	20
EP 1	N82°	+30°	27.50
DIA 41	N80°	+28°	28
DIA 42	N80°	- 8°	40
DIA 33		+60°	12.50
DIA 35		-20°	14
DIA 38		+73°	8.50
DIA 39		+63°	7.50
DIA 40		+63°	15
DIA 45		+70°	17.20
DIA 46		+70°	19.50

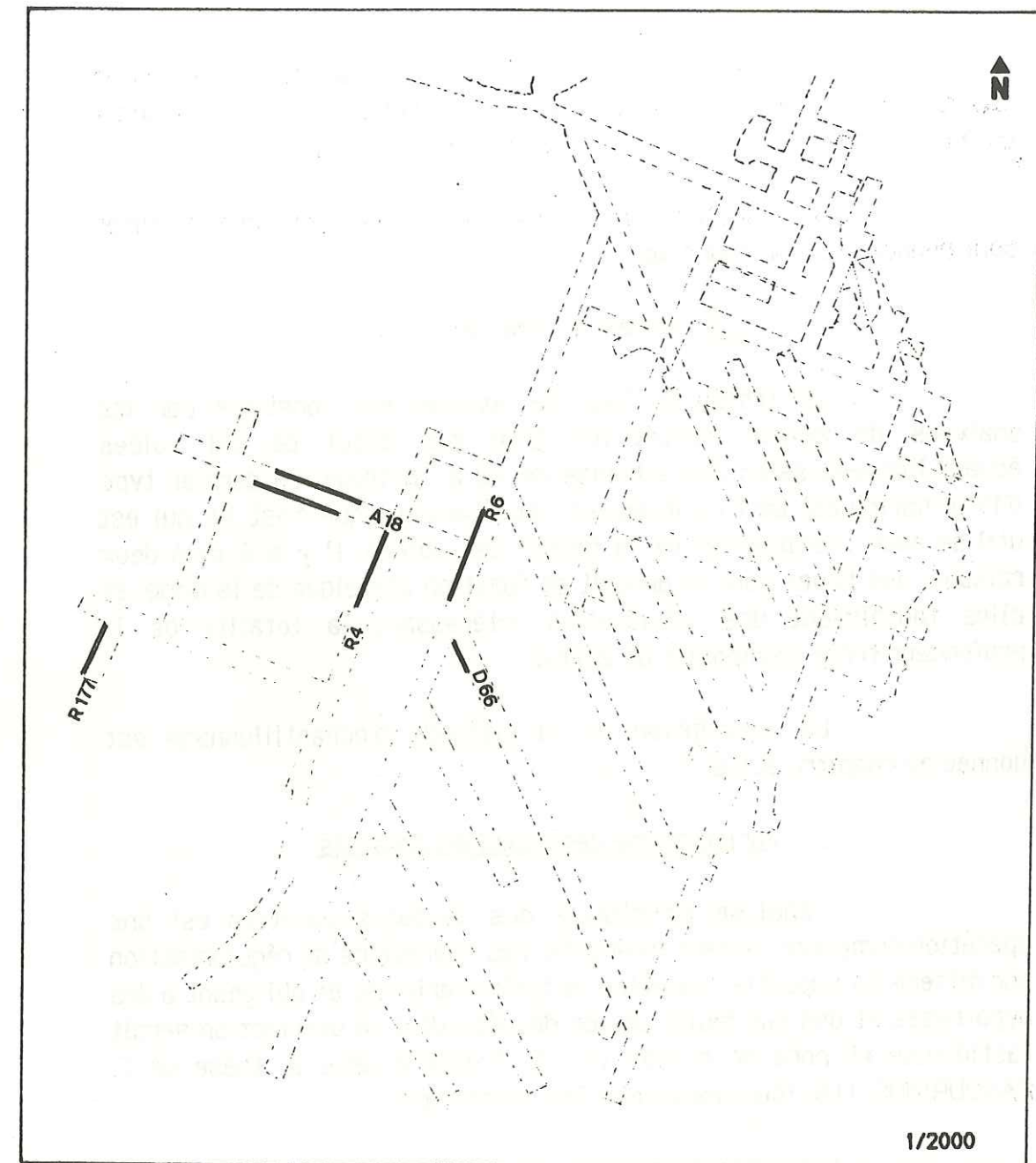


Figure 38  
Quartier d'Espérance.  
Localisation et caractéristiques des mesures ponctuelles  
utilisées pour l'analyse structurale.

Voie	Direction	distance des mesures(m)	nombre d' analyses	longueur (m)
A18N	N120°	0.125	167	20.50
			189	26
			138	17.25
R4	N 20°	0.25	89	11
			66	17
R6		0.125	84	26
R177			215	27.8
D66		0.25	183	22
A18N	Verticale	0.125	45	11.50
			23	3
R4			20	3
			25	3
R6			20	3
			16	3
			26	3



De plus, on réalise plusieurs séries de mesures superposées sur un même parement pour contrôler que le résultat obtenu ne dépend pas de la position de la ligne de mesure.

La localisation et les caractéristiques des mesures sont données par la figure 38.

### 1.3 - Boues de foration

Le troisième type de données est constitué par les analyses de boues (recueillies trou par trou) de 24 volées échantillonnées selon des schémas de 12 à 18 trous. Ce dernier type d'information est particulièrement important puisque c'est lui qui est utilisé pour l'estimation de la teneur des volées. Il y a à cela deux raisons : les boues sont le produit de foration classique de la mine, et elles fournissent une information intéressant la totalité de la profondeur forée (composite de 2.5 m).

La description de la méthode d'échantillonnage est donnée au chapitre suivant.

### 2 - Variogramme des sondages carottés

L'analyse structurale des sondages carottés est une opération complexe faisant intervenir des opérations de régularisation sur différents supports (carottes de taille variable) et obligeant à des hypothèses et des manipulations de données dont la description serait fastidieuse et hors de propos ici. On trouvera dans la thèse de C. KAVOURINOS [18] tous les détails les concernant.

Les résultats sont figurés ici sous forme de 3 variogrammes moyens correspondant à trois longueurs de carottes régularisées (figure 40).

Sachant que la portée observée sur les variogrammes régularisés est égale à la portée du variogramme ponctuel plus la longueur de la carotte, on observe sur ces 3 variogrammes les mêmes structures :

- l'une de portée (dans le modèle non régularisé, théorique) 6.5 mètres, très bien mise en évidence et liée aux distances moyennes de fracturation.

- l'autre de portée proche de 1 mètre, visible mais mal définie, plutôt liée à l'organisation des fissures. La définition de cette structure passe donc par la réalisation de variogrammes utilisant les mesures ponctuelles.

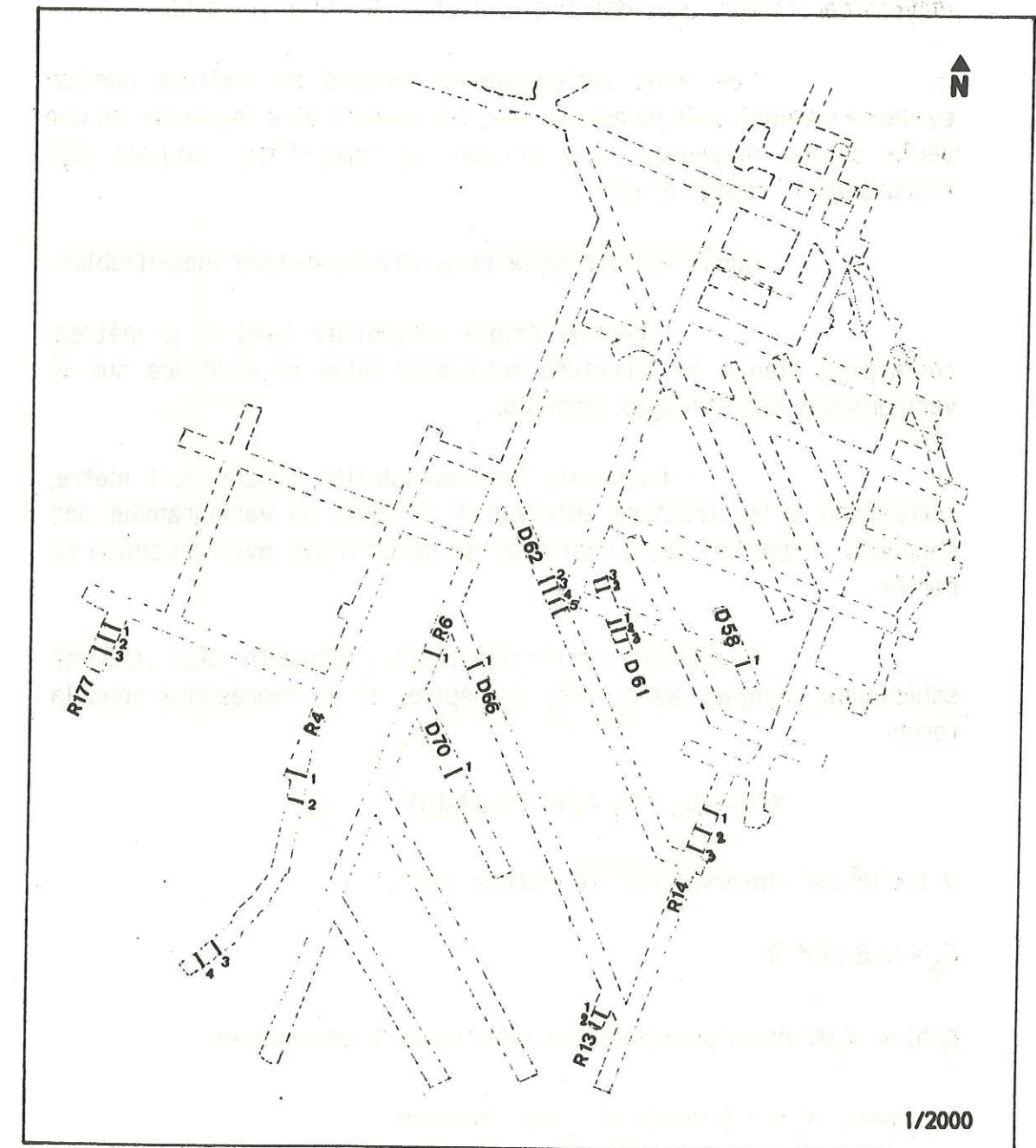


Figure 39  
Quartier d'Espérance.  
Localisation des volées échantillonnées.



### 3 - Variogramme des mesures ponctuelles

On a calculé le variogramme expérimental de chaque série de mesures. L'ensemble peut être ramené à trois variogrammes moyens caractéristiques des directions N20, N120 et verticale.

Ces trois variogrammes moyens ne mettant pas en évidence d'anisotropie directionnelle, ils peuvent être regroupés en une seule courbe moyenne, caractérisant la répartition isotrope des teneurs dans l'espace étudié.

Sur ce variogramme, deux structures sont identifiables:

- l'une de faible variabilité vers 6.5 mètres, correspond bien à la structure principale mise en évidence sur le variogramme des sondages carottés.

- l'autre de forte variabilité, proche de 1 mètre, correspond à la structure entrevue à l'origine du variogramme des sondages, et permet de la confirmer en déterminant avec précision sa portée.

Finalement, le modèle retenu comporte deux schémas sphériques gigognes avec effet de pépité, et se représente sous la forme :

$$\gamma(h) = C_0 + C_1 \gamma_1(h) + C_2 \gamma_2(h)$$

$\forall h \in \mathbb{R}^3$  sur l'intervalle 0 - 10 mètres, avec :

$$C_0 = 9.8 (\%)^2 \text{ Zn}$$

$\gamma_1(h)$  et  $\gamma_2(h)$  étant deux schémas sphériques de paramètres :

- portées :  $a_1 = 0.9$  mètre et  $a_2 = 6.5$  mètres

- paliers :  $C_1 = 11.9 (\%)^2 \text{ Zn}$  et  $C_2 = 5.3 (\%)^2 \text{ Zn}$

On est donc en présence d'un modèle théorique déduit des mesures ponctuelles qui, à un facteur près (utilisé pour faire correspondre la variance du modèle aux différentes variances expérimentales), est tout à fait compatible avec la structure des teneur définie sur un support non ponctuel (carottes).

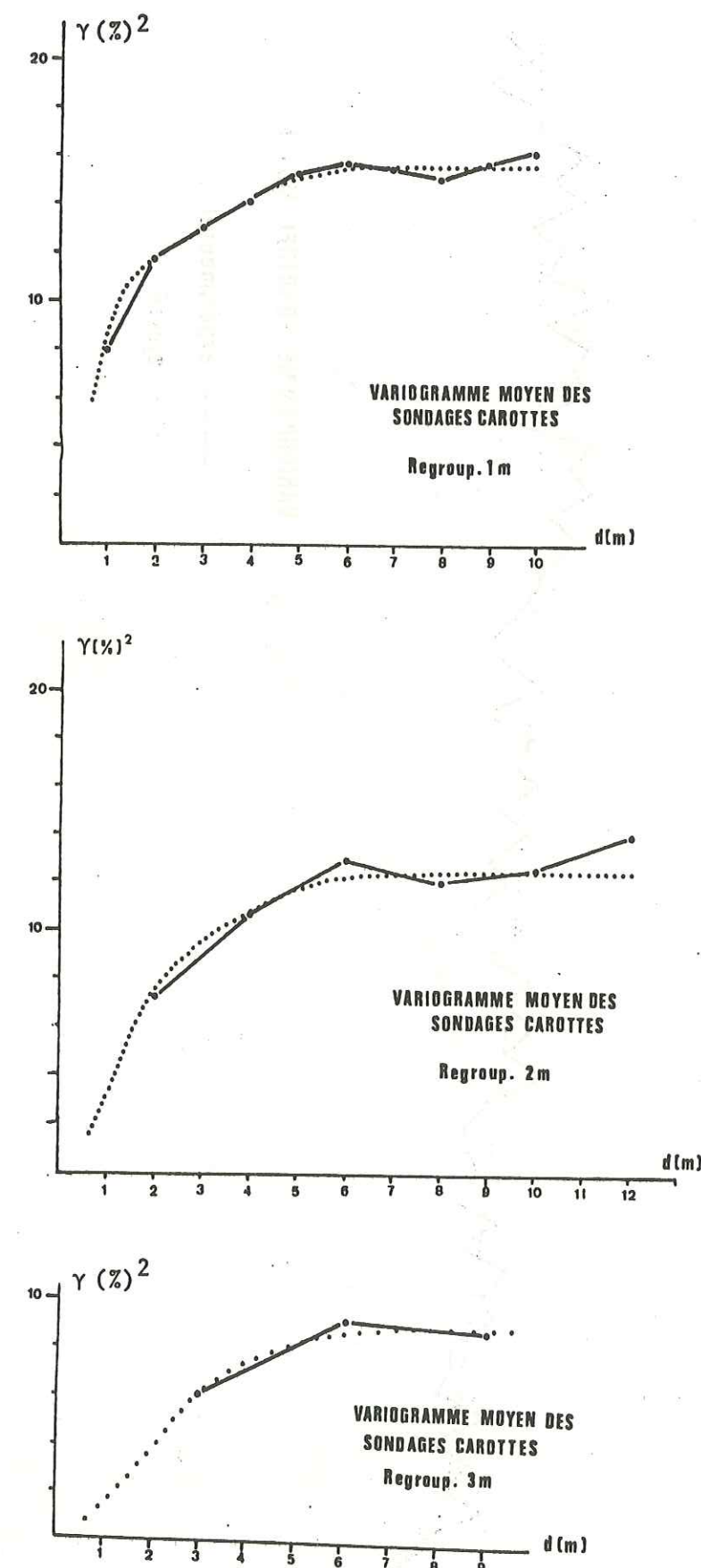


Figure 40  
Variogrammes moyens régularisés des sondages carottés.



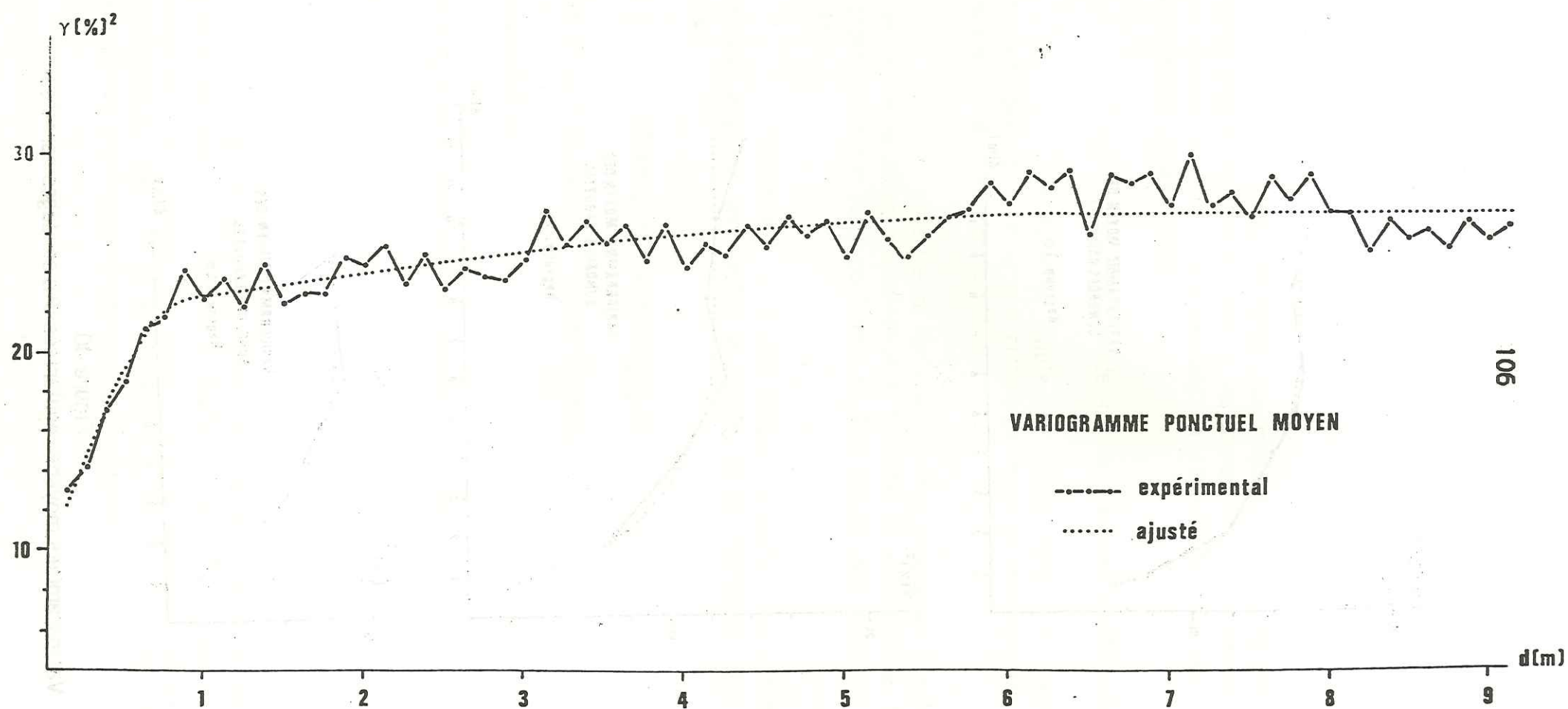
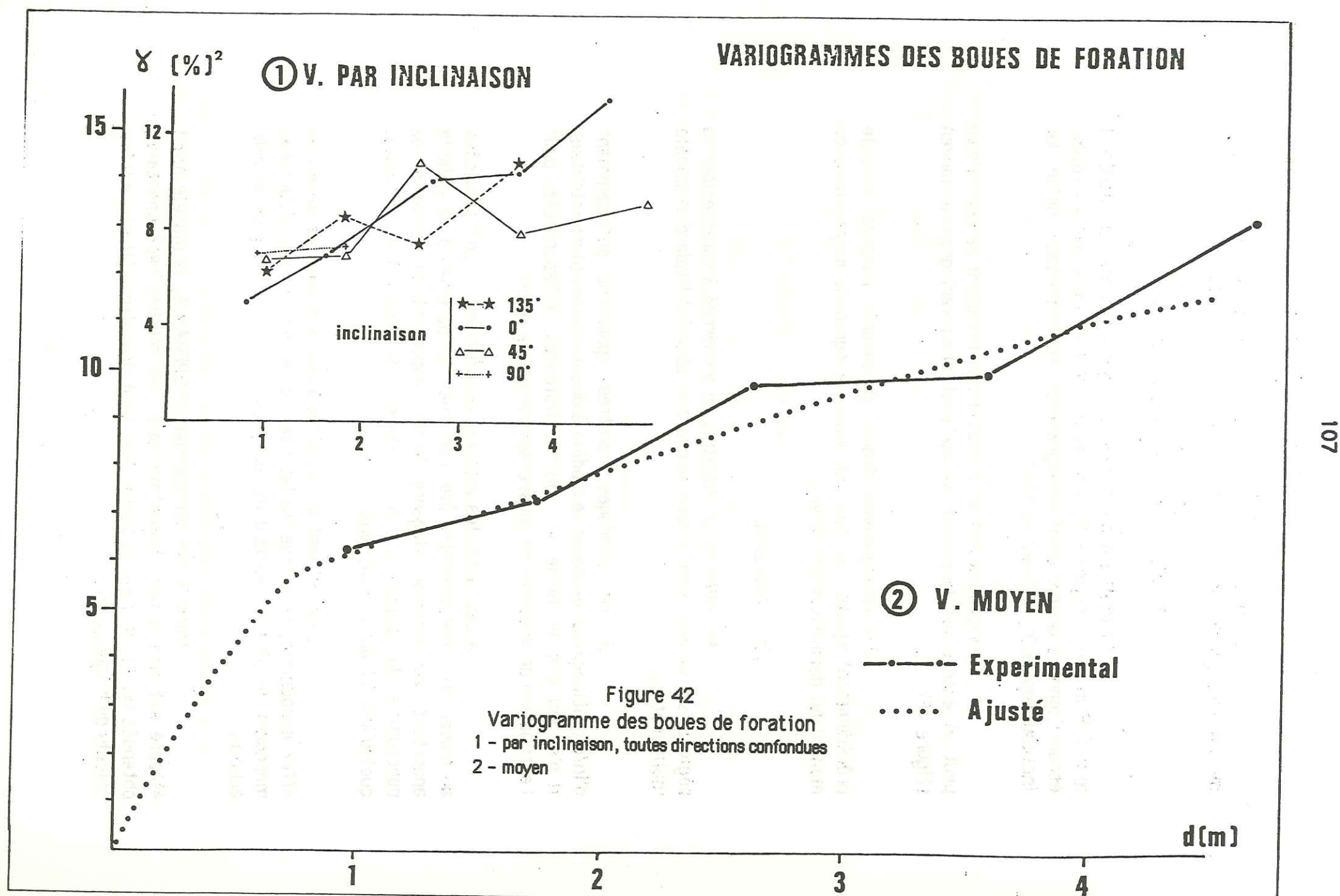


Figure 41  
Variogramme ponctuel moyen des teneurs  
(analyses XRF sur parements de galeries)  
pas : 0.125 m





Il reste donc à vérifier la compatibilité de ce modèle avec le variogramme expérimental des boues de foration.

#### 4 - Variogramme des boues de foration

La maille des trous de tir étant à peu près constante (1 m x 1.5 m, voir figure 44), on a calculé pour chacune des 29 volées échantillonnées quatre demi-variogrammes expérimentaux, selon des inclinaisons de 0°, 45°, 90° et 135°.

Aucune anisotropie directionnelle n'étant perceptible, on peut là encore les regrouper en un seul demi-variogramme moyen (figure 42).

Le variogramme déduit du modèle ponctuel calculé précédemment ajuste très bien ce demi-variogramme moyen, donc ce modèle est définitivement retenu.

#### 5 - Conclusion

Au cours de ce chapitre, on a cherché à caractériser la régionalisation des teneurs dans le quartier étudié à l'aide d'un modèle mathématique.

Si les sondages carottés apportent suffisamment d'informations pour élaborer ce modèle à des distances plurimétriques, il n'en est pas de même aux courtes distances, indispensables pour l'estimation de la teneur de sous-ensembles de la volée.

A cet effet, les mesures ponctuelles (1 cm<sup>2</sup>) réalisées au moyen d'un spectromètre XRF portable sur parements de galerie apportent une solution élégante (elles respectent la condition de ponctualité du support vis à vis du pas de mesure) et efficace, quoiqu'insuffisante à elle seule.

La détermination des structures de grande portée est en effet impossible, la grande variabilité locale des petites structures masquant la part de variabilité due aux structures de plus grande échelle.

Dans le cas du quartier d'ESPERANCE, le modèle ainsi élaboré est tout à fait compatible avec les courbes expérimentales obtenues sur les différents supports et peut donc être utilisé dans les calculs de krigeage, etc...

### 5 - DESCRIPTION DE L'EXPERIENCE D'ECHANTILLONNAGE

Cette expérience d'échantillonnage est destinée à comparer entre elles différentes méthodes mais aussi à caractériser l'erreur d'estimation de la teneur en fonction du schéma d'échantillonnage utilisé.

24 volées au total ont été échantillonnées selon trois procédés différents. L'expérience complète comprend pour chaque volée cinq étapes principales. Le principe de base est d'allier rapidité d'exécution (pour ne pas ralentir le cycle de production) et bonne qualité des résultats acquis (afin de pouvoir les utiliser dans des calculs plus sophistiqués qu'une simple moyenne).

Dans l'ordre où elles sont effectuées, les cinq étapes successives sont :

#### 1 - Description du front

On réalise un schéma du front de taille destiné à mettre par la suite en relation les résultats analytiques de surface, ceux des boues de foration et l'image de la minéralisation. On note :

- l'extension des zones minéralisées visibles ;
- les différents faciès du minerai ;
- les structures principales (failles, strates,...) ;
- la nature de la roche encaissante (brèches,...) ;
- la position des trous échantillonnés.

#### 2 - Analyses XRF sur fronts

On cherche, comme dans le cas de la carrière des Arboussets, à relier la teneur d'une surface à la teneur d'un volume. Cette méthode n'a pas été poursuivie au delà de 5 volées (dont 2 tirées sélectivement), car sa réalisation nécessite un temps trop long pour la qualité des résultats obtenus. La succession des opérations est la suivante :

- lavage du front à l'eau ;
- division en 12 ou 18 rectangles correspondant aux zones d'influence des trous qui seront échantillonnés ;



- Dans chacun de ces rectangles, mesure en 6 points implantés géométriquement. Calcul de leur moyenne, affectée à l'ensemble de la surface ;

- Calcul de la moyenne globale considérée comme représentative de la teneur moyenne du front.

L'ensemble de cette opération est réalisée avant l'arrivée de l'engin de perforation sur le front.

### 3 - Analyse des boues de foration

En développant ce type d'analyses, on cherche à doter le "jumbo" lui-même d'un appareil d'échantillonnage et d'analyse automatique, lui permettant en cours de perforation de réaliser les calculs dont il était question précédemment. Lors de cette expérience, les analyses étaient réalisées au fond ou au laboratoire. L'ordre des opérations est le suivant :

- sélection de 12 ou 18 trous répartis uniformément sur le front et appartenant au schéma de tir (si on a réalisé les mesures de surface, ces trous sont situés au centre des rectangles) ;

- récupération des boues dans un bac au moyen d'un appareil permettant de les isoler du contact du front ou du sol ;

- pour chaque trou échantillonné, prélèvement d'une masse d'une centaine de grammes. Pour un trou par volée, récupération de 20 échantillons issus du même trou, afin de contrôler la justesse de l'échantillonnage (non-biais, loi normale...) ;

- analyse des boues humides en XRF, soit avec le spectromètre NE 5017, soit avec "SYRANO" ;

- analyse des boues séchées et broyées, toujours en XRF ;

- analyse des mêmes poudres par voie chimique (absorption atomique ou complexométrie).

Au cours de ce type d'échantillonnage, on vérifie donc perpétuellement qu'on ne commet pas d'erreur lors du prélèvement. Si une divergence est observée entre résultats issus du modèle géostatistique et résultats expérimentaux, la cause devra être recherchée dans les étapes suivantes.

### 4 - Production de la volée

Il s'agit d'une succession d'opérations pouvant prendre un à trois jours, en raison des problèmes de gestion de la flotte de camions et de chargeurs de la mine. La chaîne de production comprend :

- le tir, qui a lieu à la fin du poste de perforation (5 à 6 heures au plus après la fin de l'échantillonnage) ;

- le déblayage, effectué par un chargeur transporteur, qui commence au début du poste suivant. Lors de cette étape, des mélanges peuvent avoir lieu à cause de la difficulté pour le conducteur de situer l'interface minéral-sol.

- le stockage intermédiaire, où chaque volée de l'expérience est entreposée en attente de chargement. Les volées "réservées" y sont individualisées par un panneau de couleur portant la date et la référence de la volée.

- le chargement (au bulldozer) et la remontée (par camions) sur le carreau de la mine. Là encore, les risques de perte et de mélange lors de la reprise sont non négligeables.

### 5 - Echantillonnage laverie

Cette dernière concerne le prélèvement de l'échantillon de référence. Le fait d'utiliser le passage dans le circuit de l'usine, plutôt qu'un concasseur et un échantillonneur auxiliaires permet de conserver jusqu'à la fin le processus réel de production d'une volée. Les opérations successives sont :

- l'alimentation du circuit laverie par un mini-chargeur au moyen d'une bande transporteuse annexe ("sauterelle"), permettant d'éviter le passage en trémie (avec un risque de pollution importante et non maîtrisable) ;

- concassage primaire puis secondaire ;



- prélèvement d'un échantillon d'environ 40 kilogrammes pour 100 tonnes de tout-venant, au moyen du préleveur traversier à bords parallèles TECMINEMET installé à la laverie ;

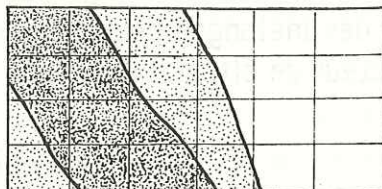
- quartage et analyse par voie chimique.

A ce stade de l'étude on peut donc comparer trois valeurs estimées de la teneur moyenne à la teneur laverie prise en référence. On est sûr que l'échantillonnage lui-même est sans biais, que ce soit au niveau du prélèvement ou au niveau de l'analyse.

Les résultats de ces cinq étapes sont regroupés sous forme de fiches de suivi de l'expérience, dont un exemple est donné ci-dessous.

**VOIE: R4 Sud Volée n°: 1**

① **DESCRIPTION**



② **MESURES FRONTALES**

date	18-08
moyenne	3.82
mx	4.80
st	2.08

5.3	7.1	0.8	1.6	0.9	
7.3	7.7		0.2	0.6	
3.3	11.7	4.7	1.0	11.5	0.0
5.1	4.6		5.6	1.8	0.1

③ **PERFO. D'ECHANTILLONNAGE**

date	16-08
moyenne	12 tr. 3.71 18 tr. 3.71
mx	4.68
st	3.00

		4.4	2.9	1.3	
6.1	8.0		8.5	2.2	0.7
7.2	6.6	2.8		7.0	0.2
2.1	2.0		1.8	1.8	1.0

④ **PRODUCTION**

date	22-25
boues classiques	
mx	3.56
st	

⑤ **TIR**

mx	22-08
st	25-08

⑥ **DEBLAYAGE**

mx	st
date	24-25 26
stockage	302 A21
quantité	80t 30t

⑦ **ROULAGE**

mx	st
date	1-09 5-09
quantité	75t 30t

⑧ **LAVERIE**

mx	st
date	2-09 6-09
quantité passée	70t 30t
masse récupérée	30kg 30kg
resultats chimie	4.72 3.02
moyenne pondérée	4.21

Figure 43

Exemple de fiche de suivi d'une volée.

## 6 - ANALYSE DES RESULTATS

Toutes les fiches de résultats sont regroupées en annexe 6.

### 1 - Boues dites "classiques"

La dernière figure de l'annexe 6 montre le biais lié à l'utilisation des "boues classiques" pour l'estimation :

Satisfaisantes jusqu'à 4% Zn environ, les estimations deviennent ensuite indépendantes de la teneur réelle (grande dispersion). Les causes principales doivent être recherchées dans :

- la méthode de foration : les rangées de mines sont forées de haut en bas, ce qui donne une grande influence aux teneurs des mines de pied si le mélange n'est pas bien réalisé.

- le comportement des fines de foration : celles-ci sont lessivées par l'eau de perforation et entraînées vers le fond de la rigole. Là encore, si le mélange est imparfait, l'échantillon ne sera pas représentatif.

- le comportement inconscient du mineur qui a souvent tendance à échantillonner dans les zones les plus riches possibles.

Enfin, et c'est sans doute le résultat le plus important, on peut montrer à partir du modèle géostatistique utilisant le variogramme construit précédemment (KAVOURINOS [18]), que le mélange de tous les trous avant prélèvement de l'échantillon final conduit à un résultat moins satisfaisant (en terme de récupération, etc...) que l'échantillonnage trou par trou de 4 mines seulement.

Cette méthode doit donc être proscrite d'autant plus sévèrement que la teneur de coupure choisie est très proche de la teneur moyenne du quartier, elle-même voisine de 4% Zn.

### 2 - Mesures de surface en XRF

On ne présente ici que 7 valeurs utilisables, provenant de 5 volées différentes.



Une autre expérience, réalisée à une date antérieure, est décrite dans le rapport final de l'action VRSS (ETERADOSSI et al. [8]). Elle n'est pas présentée ici car on ne pouvait pas comparer à cette époque les teneurs obtenues aux valeurs laverie.

Les données présentées ici montrent un biais systématique conduisant à une sous-estimation de la teneur des volées.

Toutefois il existe indiscutablement une forte corrélation et on peut relier par une simple régression linéaire la teneur du front ( $Z_F^*$ ) à la teneur de la volée ( $Z_V$ ). On trouve :

$$Z_F^* = 1.04 \cdot Z_V - 0.87 \quad r = 0.96$$

Cette expérience n'a pas été poursuivie au delà de ces cinq volées car elle entraînait un retard trop important dans le cycle de travail, pour des résultats jugés trop peu exploitables (surtout au niveau de l'estimation des sous-blocs). Néanmoins il est possible que pour des minéralisations moins variables elle soit suffisante pour obtenir une valeur moyenne approchée, ce qui permettrait éventuellement de ne pas déplacer un engin de perforation.

### 3 - Estimation par récupération des boues

#### 3.1 - Relation description / teneur réelle

Avant de commenter les résultats expérimentaux du calcul des teneurs moyennes, il faut constater que dans le cas des 24 volées retenues, l'observation seule du front est tout à fait insuffisante pour se faire une idée de la teneur de la volée située en arrière.

- 6 d'entre elles sont décrites comme "minerai fissural diffus sur l'ensemble du front", ce qui signale la présence de fissures millimétriques à centimétriques réparties de manière homogène. Les teneurs "vraies" s'échelonnent de 1.76 à 6.08 % Zn.

- inversement, les volées D62-3/4 /5, qui se succèdent dans la même galerie, montrent des aspects très différents, avec des degrés d'altération croissants, mais des teneurs identiques. On note d'ailleurs que dans ce dernier cas les mesures de surface donnent une indication assez correcte de la teneur moyenne.

### 3.2 - Résultats expérimentaux

Deux configurations d'échantillonnage ont été testées de manière systématique, la première ( $E_6$ ) comportant six trous (un trou pouvant parfois manquer) et la seconde ( $E_{12}$ ) douze trous (avec jusqu'à trois trous manquants).

L'estimateur utilisé à ce stade est la moyenne des teneurs des boues récupérées et analysées en XRF. Pour les 24 volées disponibles on calcule :

- la teneur moyenne ( $Z_m$ ) et la variance ( $s^2$ ) des teneurs des échantillons de la laverie, considérées comme les teneurs réelles des volées ;

- la teneur moyenne ( $Z_{m6}^*$ ,  $Z_{m12}^*$ ) et la variance ( $s_{6}^{2*}$ ,  $s_{12}^{2*}$ ) de chacun des deux estimateurs  $E_6$  et  $E_{12}$ .

- la moyenne  $E(e)$  et la variance  $s^2(e)$  des erreurs d'estimation ;

- la pente de la régression  $E(Z_V/Z_V^*)$  ;

- la pente de la régression  $E(Z_V^*/Z_V)$ .

On constate (tableaux 4 et 5) que :

- les moyennes  $Z_m$  et  $Z_m^*$  sont très peu différentes, et ceci pour les deux densités d'échantillonnage. Les erreurs relatives valent +2.1 % pour  $E_6$  et -1.1 % pour  $E_{12}$ . Sur l'ensemble de l'expérience il n'y a donc pas d'erreur systématique.

- les variances  $s_{6}^{2*}$  et  $s_{12}^{2*}$  sont supérieures à la variance  $s^2$ . Les rapports  $s^{2*}/s^2$  valent 1.62 pour  $E_6$  et 1.46 pour  $E_{12}$ . La variabilité de l'estimateur est supérieure à celle de l'estimé.

- la pente de la régression  $E(Z_V^*/Z_V)$  est proche de la première bissectrice, mais toujours supérieure à l'unité. Ce phénomène montre qu'une volée riche a des échantillons en moyenne plus riche que sa teneur moyenne réelle alors qu'une volée pauvre a en moyenne des échantillons plus pauvres que sa teneur moyenne. Ce caractère systématique doit pouvoir s'expliquer à l'aide du modèle, sinon il dénote la mauvaise qualité des données (figure 45).



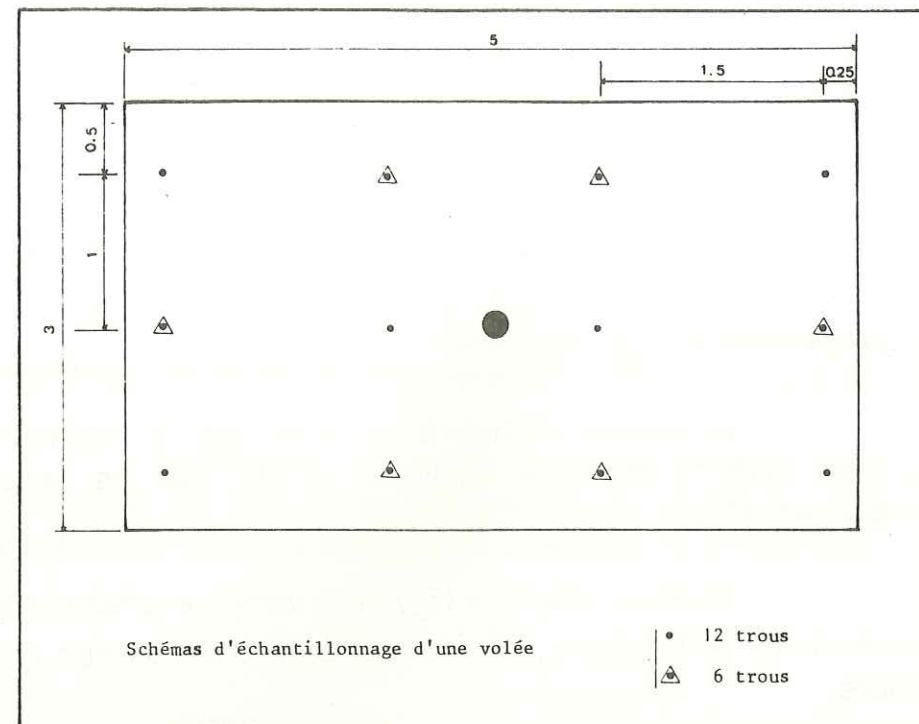


Figure 44

Schéma d'échantillonnage d'une volée :  
Position des trous dont la boue est recueillie et analysée.

	$Z_m$	$s^2$	$Z_m^*$	$(Z_m^* - Z_m)/Z_m$	$s^{2*}$	$s^{2*}/s^2$
12 trous	3.72	3.72	3.68	- 1.12 %	3.82	1.46
6 trous			3.80	2.1 %	4.23	1.62

Tableau 4

Moyennes et variances des teneurs calculées et de leurs estimateurs,  
en fonction du nombre de trous échantillonnés.

	12 trous		6 trous	
	$E(Z_v/Z_v^*)$	$E(Z_v^*/Z_v)$	$E(Z_v/Z_v^*)$	$E(Z_v^*/Z_v)$
Pente	0.76	1.12	0.71	1.15
correl.	0.92		0.90	
variance	0.59		0.84	

Tableau 5

Paramètres des droites de régression correspondant aux données  
du tableau 4.

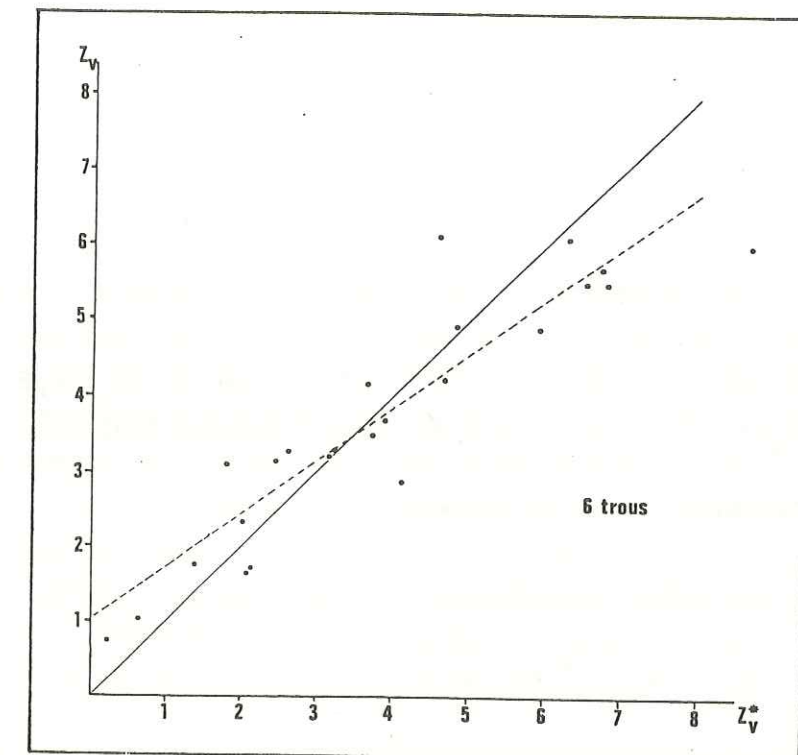


Figure 45

Régression  $E(Z_v/Z_v^*)$  pour les 24 volées.

Echantillonnage par 6 trous.

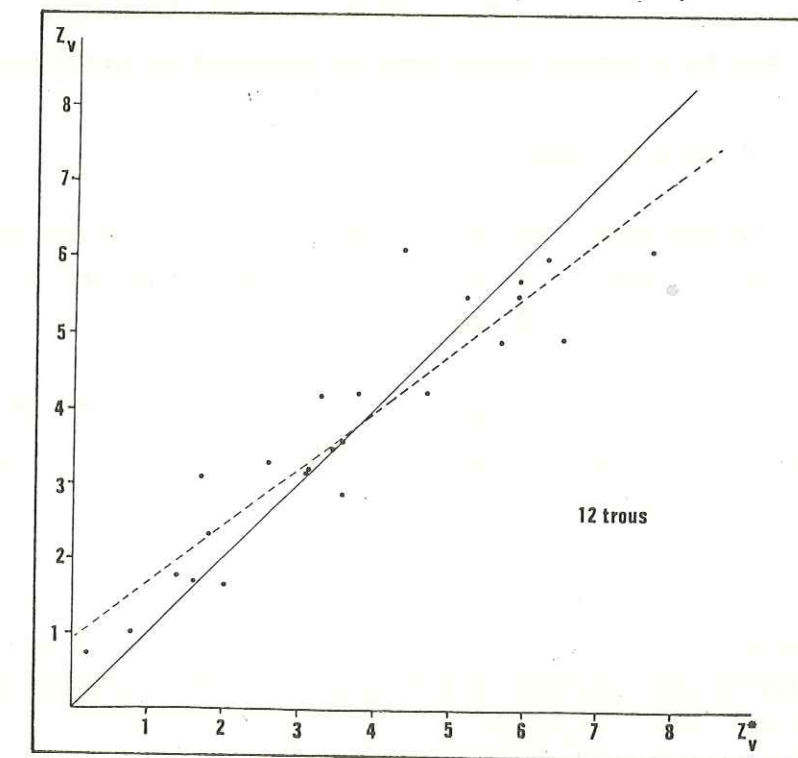


Figure 46

Régression  $E(Z_v/Z_v^*)$  pour les 24 volées.

Echantillonnage par 12 trous.

(trait plein : première bissectrice ; tiretés : droite de régression)



- la pente de la régression  $E(Z_v/Z_v^{**})$  est inférieure à l'unité. Ce phénomène traduit une tendance à la surestimation des fortes teneurs (supérieures à 4 %) et à la sous-estimation des teneurs faibles (inférieures à 3%). C'est l'"effet de support", dû au fait que l'estimateur utilisé a une variance plus forte que l'estimé (car il a un volume plus faible, voir annexe 5).

Un corrolaire de cette dernière constatation est que pour une volée à échantillons riches, les échantillons qui pourraient être prélevés dans son auréole extérieure seraient en moyenne de teneur inférieure. De ce fait, l'introduction d'informations extérieures lors du calcul de la teneur moyenne d'une volée doit permettre de diminuer ou d'annuler l'effet de support.

On forme l'estimateur :

$$Z_0^{**} = k \cdot Z_0^* + (1-k) Z_{-1}^*$$

où  $Z_0^*$  et  $Z_{-1}^*$  sont les teneurs moyennes de la volée à estimer et de la volée précédente, et  $k$  le poids attribué à l'information intérieure.

On calcule  $Z_0^{**}$  pour chaque volée en faisant varier  $k$  de 0.6 à 1.0. Les résultats apparaissent dans le tableau 6 et la figure 47.

On constate que :

- la variance d'estimation minimale est atteinte pour un poids  $k$  de 84 % attribué à l'information interne. Cette variance est légèrement inférieure à celle de l'estimateur intérieur ;

- la pente de la régression  $E(Z_v/Z_0^{**})$  pour ce  $k$  de 84 % est légèrement supérieure à celle de la régression  $E(Z_v/Z_v^*)$ . On est cependant encore assez éloigné de l'unité.

On verra dans la thèse de KAVOURINOS [18] la manière dont la comparaison de ces résultats avec ceux obtenus à partir du modèle géostatistique permet d'attribuer les divergences à des phénomènes post-échantillonnage.

On possède d'ores et déjà, avec les régressions déterminées expérimentalement, un outil permettant de réduire en moyenne les erreurs d'estimations à des proportions raisonnables.

	$E(Z_v/Z_0^{**})$			
$k$	0.7	0.8	0.9	1.0
Pente	0.82	0.81	0.79	0.77
Correl.	0.91	0.92	0.93	0.93
$s^{2*}$	3.62	3.80	4.01	4.27
$s^2$	2.92			

Tableau 6

Utilisation de la volée précédente pour l'estimation:  
Evolution de la pente de la régression et de la variance d'estimation  
en fonction du poids attribué à l'estimateur intérieur.  
(Calcul pour le schéma d'échantillonnage de 12 trous)

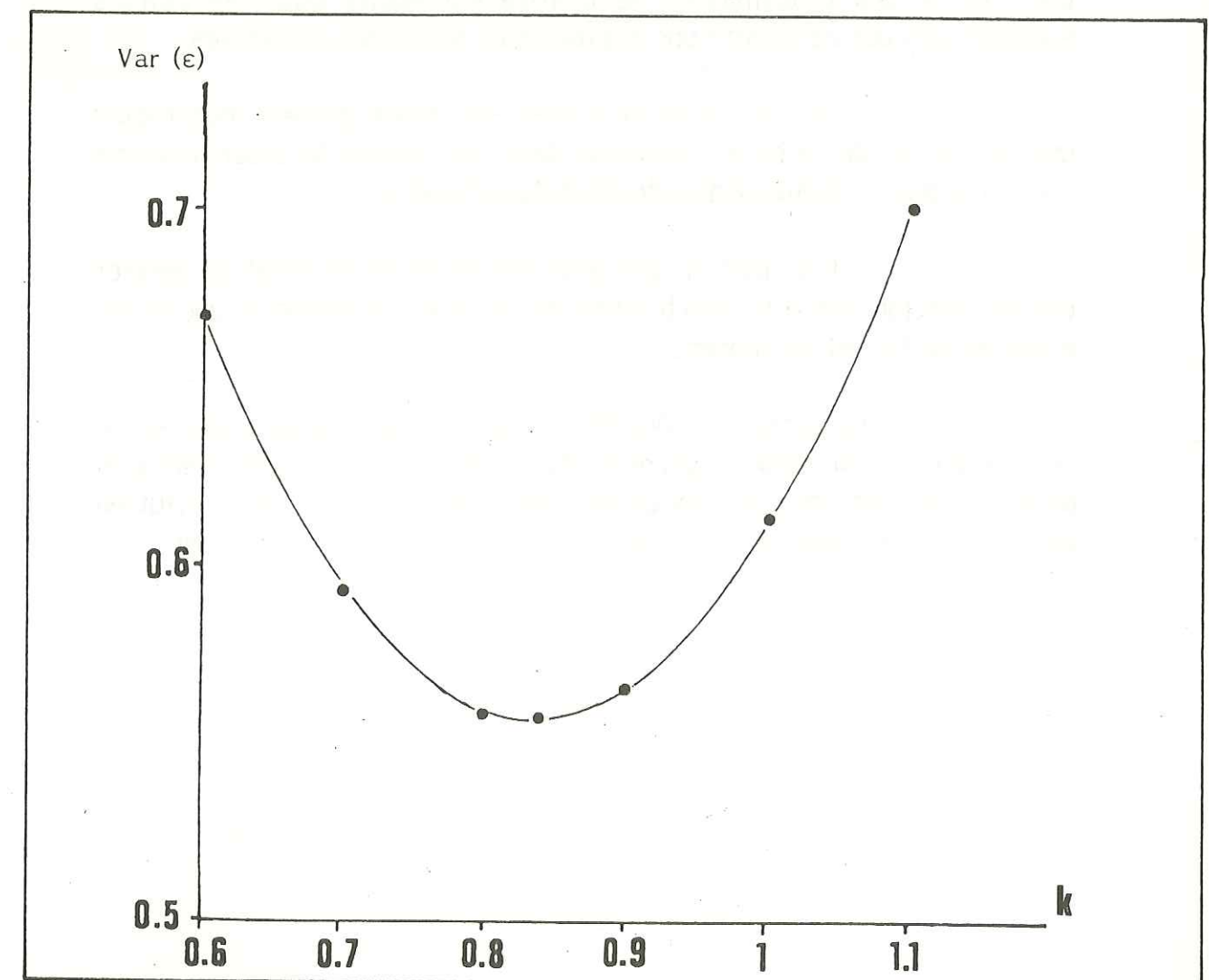


Figure 47  
Evolution de la variance d'erreur avec le poids accordé  
à l'estimateur intérieur.  
L'optimum est atteint pour un poids  $k = 0.84$



#### 4 - Conclusion

Les buts de cette expérience étaient multiples. Elle devait permettre :

- d'évaluer les capacités d'un appareil portable à préciser la géométrie et la teneur d'une minéralisation en place ;
- fournir des données afin de contrôler le modèle géostatistique élaboré, entre autres, à l'aide des mesures ponctuelles sur parements de galeries.

On a montré, sur un nombre de volées déjà important (24 volées utilisables sur 29 échantillonnées), que :

- l'utilisation des seules mesures ponctuelles ne peut pas fournir des informations de qualité suffisante pour les calculs sophistiqués que nécessite une exploitation sélective des volées ;
- ces mesures réalisées sur front donnent néanmoins une indication de la teneur moyenne dans des cas où la description ne constitue pas un élément d'évaluation de celle-ci ;
- l'utilisation des analyses de boues de foration permet une estimation correcte, non biaisée, de la teneur moyenne et une étude élaborée de l'effet de support.

On verra (KAVOURINOS [18]) comment le parallèle entre comportement du modèle géostatistique et données expérimentales permet de mettre en évidence des phénomènes de pollution post-échantillonnage, et comment il est possible de les modéliser.

## CONCLUSIONS GENERALES



### CONCLUSIONS GENERALES

Le but initial de ce travail était d'élaborer un outil capable de fournir les données nécessaires à une estimation précise de la teneur d'une volée en place, afin :

- de diminuer les erreurs d'orientation qui constituent une source de perte financière parfois considérable pour une mine ;

- d'élever la teneur moyenne récupérée, par la pratique de la sélectivité.

On doit pour cela décrire la minéralisation lorsqu'elle est peu ou pas visible, modéliser sa structure et acquérir des estimateurs fiables de la teneur du volume.

Ces objectifs nécessitant l'analyse de nombreux échantillons sur supports variés et si possible en temps réel, c'est l'analyse in-situ par fluorescence X activée par source radioactive qui a été choisie. Le temps d'analyse est en effet très bref : 20 secondes en moyenne par élément dosé, sur les différents types d'appareils utilisés.

Les différents supports qui peuvent être utiles à ce type d'études sont :

- des poudres (étalonnages) ;
- des cuttings et boues de foration (estimateurs) ;
- des sondages carottés (description et analyse structurale) ;
- des roches brutes (description et analyse structurale).

Cette variabilité des caractéristiques physiques des échantillons impose la recherche de méthodes d'étalonnage particulières. On a étudié ici des principes applicables à un analyseur mono-élémentaire non dispersif (NE 5017 de Nuclear Enterprises Ltd), mais la même étude devrait être entreprise dans le cas d'un analyseur multi-élémentaire plus moderne.



## 1 - Etude théorique

L'analyseur XRF non dispersif utilisé présentait des particularités le différenciant assez fortement des spectromètres de laboratoire :

- création de fenêtres de comptage utilisant des filtres optiques ;
- analyseur mono-canal.

On a pu montrer aisément que la méthode d'étalonnage  $\Delta = f(\text{teneur})$  préconisée par le constructeur et employée dans la littérature est inadaptée au problème à résoudre, car sensible à tous les effets de matrice et de support. C'est probablement la principale raison de la désaffection survenue aussi rapidement que l'engouement pour ce type d'appareillage dans les années 1970-75.

La solution adoptée, quoi que d'une utilisation assez lourde, combine :

- un abaque  $T = f(\Delta)$  calculé par ordinateur permettant la correction des effets de matrice dans les cas simples étudiés jusqu'ici ;
- un rapport  $T/\Delta$  des deux comptages (en quelque sorte un "étalon interne") minimisant les effets de support.

On a montré qu'on obtenait ainsi des analyses fiables avec des précisions comprises entre 5 et 10 % relatifs (dues aux fluctuations de comptage irréductibles de l'appareil utilisé) et satisfaisant la condition de non-biais global.

Il ne s'agit donc pas de prétendre substituer cette méthode à l'analyse classique dans le cas de mesures précises (analyse commerciale de concentrés, etc...), mais de la destiner à des analyses immédiates dans les secteurs où interviennent habituellement des incertitudes très importantes : échantillonnage de sondages, évaluation de volées, étude géostatistique souvent réalisée avec des tolérances de pas et d'angle considérables (ce qui est peut-être acceptable lorsqu'on travaille à grandes distances, mais ne l'est plus lorsqu'on aborde les courtes distances).

## 2 - Utilisations descriptives ou semi-quantitatives

Les utilisations de ce type de résultats sont nombreuses et peuvent, à la suite de ce travail, être divisées en deux groupes :

- celles destinées uniquement à la reconnaissance de l'enveloppe et des caractéristiques d'une minéralisation ;
- celles visant à l'amélioration de la qualité des données d'analyse classique en vue d'utilisations ultérieures (géostatistique, ...).

### 2.1 - Détermination de l'enveloppe d'une minéralisation et de ces caractéristiques.

On a montré qu'il est possible, à l'aide de mesures XRF réalisées sur fronts de taille, parements de galeries ou de tranchées, etc..., de cartographier une minéralisation à l'échelle inférieure au mètre, avec une finesse que ne permettent pas les analyses traditionnelles, affectées de plus d'un délai de réponse considérable.

Le principal attrait de ces mesures ponctuelles est de permettre d'éliminer le caractère apparemment aléatoire de la répartition des teneurs, qui est la conséquence d'analyses réalisées à des distances trop grandes.

La cartographie ainsi obtenue permet d'affiner ou de réorienter les hypothèses géologiques formulées sur une minéralisation. Nous avons pu constater sur le terrain que ce type de mesures, quoiqu'assez peu précis, pouvait aussi être une source de discussions et de réflexions.

Une telle démarche peut trouver de nombreuses applications, tant pour le chercheur "fondamentaliste" que pour le prospecteur ou le géologue minier, ainsi :

- elle peut venir en aide au chercheur voulant caractériser un phénomène métallogénique, comme une diffusion à partir des épontes d'un filon, par exemple. Dans ce cas, une série d'analyses très proches (5 cm), même entachées d'une erreur de 5 à 10% relatifs, peut apporter la vérification immédiate de ce que des analyses au pas de 50 cm ou plus laisseraient seulement pressentir, après un délai d'au mieux plusieurs jours.



- elle peut permettre au prospecteur ou au géologue minier en charge d'une étude de détail d'élaborer une technique d'échantillonnage mieux adaptée au comportement des teneurs, en mettant en évidence leur organisation fine.

**2.2 - Amélioration de la représentativité des échantillons destinés à une analyse par voie classique.**

Dans le cas où l'on destine les analyses réalisées à une étude géostatistique (évaluation), minéralurgique (échantillon pilote de traitement) ou plus généralement toute étude devant prendre en compte un échantillonnage représentatif de la variabilité des teneurs d'un gisement, il est primordial de constituer des échantillons homogènes et ne faussant pas la variabilité réelle.

Pour cela on doit éviter les carottes ou rainurages incluant une zone riche et une zone pauvre, de manière à conserver intactes les informations sur les possibilités de sélectivité.

On a montré comment la pré-analyse des sondages en XRF peut contribuer à ne pas rassembler au sein d'un même échantillon des zones de teneurs trop différentes. Là encore, il ne s'agit pas d'analyses quantitatives mais semi-quantitatives. On a vu qu'il faut attacher plus d'importance à l'allure générale du profil de teneurs obtenu qu'à la valeur moyenne déterminée pour chaque passe. Cette dernière dépend en effet beaucoup du nombre d'analyses effectuées par passe.

D'autre part on dispose avec ces analyses d'une première méthode permettant d'obtenir un variogramme des teneurs à très petite échelle (les travaux menés actuellement sur le tungstène font intervenir des mesures au pas de 1 cm.).

### 3 - Estimation de volées en place.

La méthode d'estimation finalement retenue et expérimentée à la mine des Malines fait appel à des procédés géostatistiques, tant pour la modélisation de la répartition des teneurs (variogramme) que pour le calcul de la teneur moyenne et des teneurs partielles (sous-blocs) de la volée.

L'analyse des résultats et des conditions de réussite montre que cette méthode ne doit pas être considérée comme spécifique de cette mine. Elle doit pouvoir être transposée à d'autres exploitations de mêmes caractères structuraux.

Dans cette méthode, un spectromètre XRF portable est utilisé de deux manières :

- pour acquérir un variogramme des teneurs à une échelle de l'ordre de celle des sous-blocs. Ceux-ci ayant une longueur d'au plus un mètre, l'information fournie par les sondages ne suffit pas (passes de un mètre au moins).

Ces sondages étant totalement consommés par l'analyse chimique, l'acquisition des données ponctuelles se fait sur parements de galeries. Elle s'accompagne d'une analyse géologique critique permettant d'éliminer les situations anormales (mesures selon une direction structurale privilégiée, changement de type de minerai...).

Grâce à l'étalonnage adopté, on obtient par cette méthode un variogramme ponctuel qui est, après régularisation (changement de support), totalement compatible avec ceux des sondages et des boues de foration.

- pour analyser les boues de foration servant d'estimateurs, en temps réel (pendant la perforation).

On a montré que l'obtention des informations non biaisées nécessaires à l'estimation ne repose pas seulement sur la qualité de l'analyse (testée par ailleurs dans la deuxième partie). Il faut aussi que les valeurs obtenues aient une signification, donc que les échantillons recueillis soient représentatifs. Pour cela il est indispensable de disposer d'un mode de prélèvement "neutre" (sans biais).

Sans cela, même avec des analyses justes, on n'a que bien peu de chances d'obtenir un résultat comparable à la teneur réelle de la volée.

Pour cette raison, un des développements futurs prioritaire est la réalisation d'une chaîne de prélèvement/analyse automatique évitant l'intervention du perforeur ou d'un aide.

Aux Malines, l'expérience basée sur l'échantillonnage et le traitement de 24 volées, ainsi que les calculs sur le modèle ont permis :

- de quantifier l'effet de support et de le corriger par la prise en compte de la teneur de la volée précédente ;



- de déterminer expérimentalement les caractéristiques de l'erreur d'échantillonnage en vue de simulations ;

- de mettre en évidence une pollution post-échantillonnage ;

- de montrer que l'amélioration de l'estimation est importante entre 6 et 12 trous échantillonnés mais négligeable entre 12 et 18 trous. Les calculs et simulations de KAVOURINOS [18] confirment totalement cette constatation.

Les développements futurs d'une telle méthode sont liés :

- à l'utilisation d'un spectromètre multi-élémentaire ;

- à l'automatisation de la chaîne de prélèvement ;

- à l'élaboration d'un logiciel de calcul et d'élaboration du schéma de tir maximisant le bénéfice pour chaque volée échantillonnée, et ce en temps réel.

- à la mise en place industrielle de cet ensemble de procédés qui, jusqu'ici a été réalisé au stade expérimental.

## BIBLIOGRAPHIE



- [1] ABISSET J.L (1983) :  
"Essai d'analyse par fluorescence X portable sur minéral de zinc sulfuré". Rapport ENSTIMA. Inédit. 52 p.
- [2] BALL T.K., BOOTH S.J., NICKLESS E.F.P., SMITH R.T. (1979) :  
"Geochemical prospecting for baryte and celestine using a portable radioisotope fluorescence analyser". Journal of Geoch. Explor., 11, p. 277-284.
- [3] BOWIE S.H.U (1968) :  
"Portable X Ray Fluorescence analysers in the mining industry". Min. Mag., vol. 118, p. 230-239.
- [4] CLAISSE F., TERTIAN R. (1982) :  
"Principles of quantitative X Ray Fluorescence Analysis". Hayden, 1982.
- [5] COUMOUL A., AUBAGUE M. (1984) :  
"Recherches de minéralisations Zn-Pb sur les concessions CIM du Nord-Alès (Gard)". Rapport BRGM-DSO. Inédit.
- [6] COX R. (1968) :  
"Assessment of tin ores in-situ at Cleveland mine, Tasmania, with a portable radioisotope X Ray Fluorescence analyser". Instr. Min. Metal. Trans., sec. B, n° 77, p. B109-116.
- [7] ETERADOSSI O. (1984) :  
"Contrôle de la géométrie et de la teneur d'une minéralisation en place par fluorescence X in-situ : zone de Nord-Alès. Rapport préliminaire". Rapport ENSTIMA. Inédit. 10 p.
- [8] ETERADOSSI O. et al. (1985) :  
"Essais d'étude de minéralisations en place à l'aide d'un appareil d'analyse par fluorescence X activée par source radioactive". Rapport de l'action concertée VRSS n°83.E.1077. Inédit. 215 p.
- [8b] ETERADOSSI O., KAVOURINOS C., ROLLEY J.P. (1985) :  
"Utilisation d'appareils de fluorescence X portables en milieu minier : application aux minéralisations zincifères". Congrès de l'Industrie Minérale, Toulouse 1985, sous presse.



- [9] FOGLIERINI F., BERNARD A.J., VERRAES G. (1980):  
"Le gisement des Malines (Gard), Zn-Pb". 26ème C.G.I., Gisements français, fasc. E.5, 56 p.
- [10] GALLAGHER M.J. (1967):  
"Determination of Cu, Zn, Pb, W, Mo and Sn in geochemical samples and low grade ores using the Mineral Analyser". Instr. Geol. Sci. Rep., Radiogeol. rare Miner. Unit, vol. 277, 5 p.
- [11] GRAVESON R.T., SOMMERS K., WILSON F.C. (1971):  
"X Ray Fluorescence Analysers for leaded paint measurements". US Atomic Energy Commission, Wash. D.C.
- [12] GROUT A., GALLAGHER M.J. (1980):  
"Baryum determination in rocks and overburden by portable XRF spectrometer". Instr. Min. Metal Trans., sect.B, vol. 89, p.130-133.
- [13] GY P. (1983):  
"Les erreurs d'échantillonnage : elles peuvent ôter toute signification aux résultats d'analyse". Analisis, vol. 11, n° 9, p. 413-440.
- [14] HOFFMANN P., LIESER K.H., HOFMANN T., SOMMER R. (1983):  
"A mobile installation for Energy Dispersive multi-élément X Ray Fluorescence analysis for application in the field". X Ray Spectrom., vol. 12, n° 4, p.175-181.
- [15] JACQUIN J.P., PINAULT J.L. (1984):  
"Premiers essais d'utilisation sur le terrain de "SYRANO" (appareil d'analyse par FX, portable)". Rapport interne B.R.G.M. Inédit
- [16] JONES W.B., CARPENTER R. (1968):  
"Non dispersive X Ray Fluorescence Spectrometer". Adv. X Ray Anal., n° 11, p. 214-229.
- [17] JOURNEL A.G. (1977):  
"Geostatistique minière". Centre de Géostatistique, Fontainebleau, 733 p.

- [18] KAVOURINOS C. (en préparation):  
Thèse, Ecole des Mines de Paris, Centre Mines Infrastructures.
- [19] LABRECQUE J.J. (1981):  
"Radioisotope induced X Ray Fluorescence". Progr. Anal. At. Spectrosc., vol. 4, n° 3, p. 191-217.
- [20] LUBECKI A., WASILEWSKA M., GORSKY L. (1967):  
"On the application of compton scattering to the elimination of matrix effects in non-dispersive X Ray Fluorescence Analysis". Spectroch. Acta, 23 A, p. 831.
- [21] MATHERON G. (1978):  
"Estimer et Choisir". Cahiers du centre de Morphologie Mathématique de Fontainebleau. Fasc. 7, 175 p.
- [22] Mc CRARY J.H., EDMONDS C.M. (1973):  
"Portable X Ray Fluorescence single element analyser". Nucl.Instr. Methods, vol. 109, n° 2, p. 389-391.
- [23] NIEDWODNICZANSKI J.W. (1966):  
"Analysis of copper ores in mine conditions by X ray Fluorescence induced by isotope sources". In "radioisotope instruments in industry and geophysics", Vienne, Intern. Atom. Energy Agency, 1966, vol. 1, p. 173-189.
- [24] NIEDWODNICZANSKI J.W. (1967):  
"Determination of zinc and lead in ores by portable X Ray fluorescence employing  $^{238}\text{Pu}$  sources". Inst.Geol.Sci.Rep., Radiogeol. rare Miner. Unit, vol. 278, 6 p.
- [25] ORGEVAL J.J. (1976):  
"Les remplissages karstiques minéralisés :exemple de la mine des Malines (Gard)". Mem. h. sér. Soc. Geol. Fr., 7, p. 77-85.
- [26] RASBERY S.D. (1973):  
"Investigation of portable X Ray Fluorescence Analysers for determining lead on painted surfaces". Applied Spectrosc., vol. 27, n° 2, p. 102-108.



- [27] RHODES J.R., FUTURA T. (1968):  
 "Applications of a portable radioisotope X Ray Fluorescence Analyser to analysis of minerals and alloys". Adv. X Ray Analysis, 11, p. 249-274.
- [28] RHODES J.R. (1971):  
 "Design and application of X ray emission analysers using radioisotope X Ray or gamma Ray sources". Spec. techn. Pub. of ASTM, n° 485.
- [29] RHODES J.R., STOUT J.A., SCHINDLER J.G., PIOREK S. (1983):  
 "Portable X Ray Survey Meter for in-situ trace element monitoring of air particles". Spec. techn. pub. of ASTM, n° 786.
- [30] ROSS P.A. (1926):  
 "Polarisation of X Rays". Phys. Review, n° 28, p. 425.
- [31] SERRA J. (1968):  
 "Les structures gigognes : morphologie mathématique et interprétation métallogénique". Mineral. Deposita, n° 3, p. 135-154.
- [32] SY D. (1983):  
 "Dosage de minerai barytique en place par émission de fluorescence X". Ind. Min., vol. 65, n° 11, p. 617-623.
- [33] VERRAES G. (1979):  
 "Contribution à l'étude de la province métallogénique sous-cévenole : les gîtes Pb-Zn de Montdardier, la Sanguinède et 102. District des Malines (Gard), France". Mém. CERGH, USTL, tome XVII, 269 p.
- [34] WOGMANN N.A., RIECK H.G., KOSOROK J.R. (1975):  
 "In-situ analysis of sedimentary pollutants by X Ray Fluorescence". Nucl. Instrum. Methods, vol. 128, n° 3, p. 561-568.

## ANNEXES



## ANNEXE 1

### LA FLUORESCENCE X

#### RAPPELS THEORIQUES



Cette annexe présente un résumé succinct des principaux éléments de la théorie de la fluorescence des rayons X. L'accent y est mis sur les phénomènes jouant un rôle dans la mise au point d'une méthode d'analyse in-situ.

## 1 - Emission du spectre caractéristique

### 1.1 - Généralités

L'analyse des spectres de rayons X est basée sur la capacité de tous les éléments de la classification périodique à émettre des radiations caractéristiques lorsqu'ils sont soumis à une excitation suffisamment intense.

Cette excitation est réalisée par l'impact de particules accélérées (électrons, protons,  $\alpha$ , ions) ou fortement énergétiques issues d'une source radioactive ou d'un tube à rayons X.

Dans les spectromètres portables, on utilise soit des radiosources, soit des tubes à rayons X miniaturisés.

### 1.2 - Mécanisme d'émission des RX.

Quand un photon X suffisamment énergétique interagit avec un atome, la structure de ce dernier est modifiée.

La principale interaction est le transfert de l'énergie du photon à l'un des électrons. Cet apport provoque le saut de l'électron hors de son orbite et son éjection de l'atome (figure 1).

L'atome ainsi ionisé est instable, et après un très court laps de temps sa structure se réorganise : le retour à l'état initial s'effectue par transitions centripètes d'électrons des orbites "extérieures" (figure 2).

Chaque transfert d'électron représente une perte de potentiel énergétique pour l'atome ionisé. L'énergie superflue est évacuée sous forme d'un photon X d'énergie correspondant à la différence entre les niveaux d'énergie de départ et d'arrivée de la transition.

### 1.3 - Seuil d'excitation

Pour éjecter un électron de son orbite, il faut que la particule incidente ait une énergie supérieure à l'énergie de liaison de l'électron avec le noyau.

$$h.v \geq E_k$$

où  $h$  est la constante de Planck,  $v$  la fréquence du photon incident et  $E_k$  l'énergie de liaison d'un électron de la couche K (par exemple).

Cette relation conditionne le choix de la source radioactive à utiliser pour le dosage de certains éléments.

Univ. J. Fourier - O.S.U.  
MAISON DES GEOSCIENCES  
DOCUMENTATION  
B.P. 53  
F. 38041 GRENOBLE CEDEX  
Tél. 04 76 63 54 27 - Fax 04 76 51 40 58  
Mail : ptalour@ujf-grenoble.fr



Le tableau 1 donne les seuils d'excitation pour les éléments compris entre lithium et plutonium.

#### 1.4 - Raies caractéristiques

Les critères précédents concernent l'aspect énergétique de l'apparition d'une raie d'intensité donnée.

En réalité la mécanique quantique restreint le nombre de transitions possibles.

La figure 2 illustre les principales transitions observables en pratique.

Cette figure et le tableau 1 permettent le calcul de l'énergie (et donc de la longueur d'onde) de chaque raie émise. Par exemple :

$$E_{K\alpha_1} = E_K - E_{L_3}$$

$$\lambda_{K\alpha_1} = \frac{12.398}{E_{K\alpha_1}}$$

Si on applique ces relations aux raies d'émission du zinc on obtient :

Raie	E raie (keV)	$\lambda$ raie
$K\alpha_2$	$9.661 - 1.045 = 8.616$	1.439
$K\alpha_1$	$9.661 - 1.022 = 8.639$	1.435

Seuil (= discontinuité d'absorption K) = 9.661

Ce type de calcul permet à la fois d'adapter la source à l'élément à doser ( $E_s >$  seuil) et de choisir si nécessaire (cas d'un analyseur non dispersif) les filtres physiques adaptés à la sélection de la raie.

## 2 - Production des Rayons X

### 2.1 - Généralités : composantes du spectre d'un tube à rayons X

L'observation d'un spectre émis par un tube à rayons X permet d'en dégager les trois caractéristiques principales (figure 3). Ce sont :

- la longueur d'onde  $\lambda_0$  à laquelle le spectre débute. Elle ne dépend pas du matériau de l'anticathode mais de la tension appliquée (relation de Duane-Hunt) :

$$\lambda_0 (\text{\AA}) = \frac{12.398}{V(\text{kV})}$$

Cette relation traduit le fait que l'énergie d'une radiation du spectre d'émission ne peut jamais être supérieure à l'énergie cinétique des électrons incidents.

- Le fond continu, qui résulte de la perte d'énergie par collision des électrons incidents avec les électrons libres de la cible. Il commence à la longueur d'onde  $\lambda_0$ . Son intensité est une fonction de la tension V et du numéro atomique Z de la cible.

- Les raies caractéristiques, qui sont considérées comme monochromatiques. Elles apparaissent sur le fond continu à la seule condition que

$$V \text{ appliquée} \geq V_K$$

où  $V_K$  est le voltage critique nécessaire à la production d'une transition (par exemple K) dans les atomes de la cible.

On retrouve tout ou partie de ces caractéristiques dans le spectre des sources radioisotopiques.

### 2.2 - Les sources radioisotopiques.

On peut classer les radiosources en deux catégories : celles qui émettent un fond continu (comme Pm 147 + Al, par exemple) et celles qui émettent des rayons X ou des rayons  $\gamma$  sans fond continu (Cd 109, Pu 238 ...).

Ces dernières sont utilisées couramment lorsque des radiations monochromatiques sont nécessaires, c'est-à-dire lorsqu'on recherche l'excitation sélective de certains éléments. Dans certaines techniques on incorpore même la source à l'échantillon à analyser (Fe 55 pour l'analyse de Ca, K dans des échantillons géologiques).

Mais la sélectivité de l'excitation, combinée à la faiblesse des intensités émises (la législation impose une puissance  $10^5$  à  $10^6$  fois moindre que pour les tubes), limite énormément les applications de ces sources. Ce manque de puissance est en partie compensé par leur petite taille, permettant de réaliser de tout petits ensembles source/détecteur, utilisables pour des analyses in-situ. D'autre part, l'utilisation de sources annulaires permet d'obtenir des taux de comptage supérieurs à ceux des sources discoïdes (figure 4).

Le tableau 2 donne une liste des principales radiosources utilisées. Le tableau 3 indique leurs champs d'application. Parmi les sources courantes Pu 238 et Cd 109 sont les plus usitées. La seconde possède un domaine d'application un peu plus étendu.

Pour le dosage du zinc, nous utilisons la source de Pu 238, bien que d'un rendement inférieur (probabilité de transition  $U_{L\alpha} = 71.1\%$ , taux d'émission de photons 13% ; contre probabilité de transition Ag  $K\alpha = 100\%$  et taux d'émission 67.7% pour la source de Cd 109), et ceci en raison de sa période plus longue que celle de Cd 109. La décroissance de l'activité de la source est donc moins sensible dans le cas du plutonium.



### 3 - Atténuation des rayons X, absorption et diffusion

Lorsqu'un atome fluorescent situé en profondeur dans un échantillon émet un rayonnement, les caractéristiques de ce dernier sont modifiées lors de son trajet vers le détecteur par des interférences avec la matrice.

#### 3.1 - Atténuation

Après avoir traversé une épaisseur  $x$  d'un matériau quelconque (air y compris), un rayonnement d'intensité initiale  $I_0$  possède une intensité  $I_x$  consécutive à l'absorption et la diffusion du rayonnement primaire dans le matériau.  $I_x$  est donnée par la loi de Lambert

$$I_x = I_0 \cdot e^{-(\mu \rho x)}$$

la quantité  $(I_0 - I_x)$  n'est pas transmise dans la même direction que les photons incidents, à cause de deux phénomènes :

- absorption d'une partie des rayons X incidents qui sont annihilés pour créer le phénomène de fluorescence décrit plus haut ;
- diffusion des photons incidents dans toutes les directions après collision avec des atomes. Les photons diffusés peuvent avoir des longueurs d'onde plus grandes (diffusion Compton) ou égales (diffusion Raleigh) à la longueur d'onde incidente.

#### 3.2 - Absorption

Chaque élément possède un spectre d'absorption, qui correspond à la variation du coefficient d'absorption massique avec la longueur d'onde (et donc l'énergie) d'une radiation.

La figure 5 montre un spectre d'absorption caractéristique : on y constate un certain nombre de discontinuités d'absorption dont la magnitude s'interprète comme une expression de la probabilité pour un photon d'énergie donnée d'être absorbé par un atome : cette magnitude est une fonction du numéro atomique de l'atome (figure 6).

La propriété essentielle des  $\mu$  est d'être une valeur additive : dans un composé contenant les éléments  $i, j$  et  $k$  dans des proportions pondérales  $M_i, M_j, M_k$ , le coefficient d'absorption massique vaut

$$\mu_{\text{tot}} = \frac{\sum M_i \mu_i}{\sum M_i}$$

#### 3.3 - Diffusion : l'effet Compton

La collision élastique d'un photon incident sur un électron suffisamment libre d'un atome provoque l'émission d'une radiation diffusée comprenant deux composantes : une raie Raleigh non modifiée et une raie Compton située sur le flanc de la première, du côté des fortes longueurs d'onde.

On utilise les propriétés des pics Compton dans diverses méthodes d'analyse pour lesquelles ils constituent un étalon interne. En effet :

- l'intensité du pic Compton augmente avec :
  - l'énergie de la radiation incidente ;
  - la diminution du numéro atomique de l'élément "diffuseur" ;
- l'intensité du pic Raleigh a un comportement exactement inverse ;
- la différence entre longueur d'onde de ces deux pics est indépendante de la nature de l'élément "diffuseur" et de la longueur d'onde de la radiation incidente.

### 4 - Définition et calcul de l'intensité de fluorescence

L'intensité totale de fluorescence peut se décomposer en plusieurs intensités "partielles" y contribuant pour des parts variables :

#### 4.1 - Intensité de fluorescence primaire

L'intensité de fluorescence primaire :

- résulte de l'effet direct du rayonnement incident sur l'élément considéré ;
- est la principale contribution à l'émission X d'un échantillon ;
- est le seul phénomène présent dans des échantillons de corps purs ou des échantillons où l'élément fluorescent est associé à des éléments plus légers. C'est le cas du zinc dans des matrices contenant  $\text{FeOOH}$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ , etc ...

La figure 7a schématise la relation entre spectre d'émission de la source, spectre d'absorption de l'élément fluorescent et l'intensité de fluorescence primaire (aire sous la courbe, hachurée).

L'expression complète de la fluorescence primaire est, pour un élément A :

$$P_A = Q_A \cdot C_A \int_{\lambda_0}^{\lambda_K} \frac{\frac{\sin \gamma'}{\sin \gamma} \cdot \mu_A(\lambda) \cdot I(\lambda) \cdot d\lambda}{\mu_P(\lambda) + \frac{\sin \gamma'}{\sin \gamma} \cdot \mu_P(\lambda_A)}$$

où :

$P_A$  = intensité de fluorescence primaire



$Q_A$  = constante de proportionnalité pour l'élément A  
 $C_A$  = concentration de l'élément fluorescent A dans l'échantillon P  
 $\lambda_o$  = limite du spectre primaire vers les  $\lambda$  petits (cf. paragraphe 2)  
 $\lambda_{kA}$  = longueur d'onde de la discontinuité K de l'élément fluorescent A  
 $\lambda_A$  = longueur d'onde de la radiation de fluorescence  
 $\lambda$  = composante, d'intensité  $I(\lambda)$ , du spectre primaire  
 $\mu_A(\lambda)$  = coefficient d'absorption massique de A pour la longueur d'onde  $\lambda$   
 $\mu_P(\lambda)$  = coefficient d'absorption massique de P pour la longueur d'onde  $\lambda$   
 $\mu_P(\lambda_A)$  = coefficient d'absorption massique de P pour la longueur d'onde  $\lambda_A$   
 $\gamma$  et  $\gamma'$  = angle du faisceau incident et du faisceau fluorescent avec la surface de l'échantillon.

#### 4.2 - Intensité de fluorescence secondaire

L'intensité de fluorescence secondaire est associée aux éléments de numéro atomique plus élevé que celui de l'élément fluorescent "primaire".

Dans l'exemple de la figure 7b, Fe et Ni sont tous deux excités "primairement" par le rayonnement incident mais en plus les atomes de Fe sont excités secondairement par le rayonnement de fluorescence primaire de Ni (car  $NiK\alpha$  est suffisamment énergétique). La fluorescence secondaire de Fe est donc indirectement liée à la fraction du rayonnement incident dont la longueur d'onde est inférieure à  $\lambda_{abs}$  (Ni), qui peut seul provoquer la fluorescence primaire de  $NiK\alpha$ .

On peut ainsi imaginer autant de fluorescences de rang différent qu'on le désire. La figure 7c illustre un cas de fluorescence tertiaire. En pratique, on montrera en annexe 2 que lors du dosage du zinc la fluorescence primaire explique déjà plus de 99.7% de l'intensité émise, dans les exemples abordés.

#### 5 - Effets interéléments en excitation monochromatique

Comme décrit au paragraphe 3, la radiation primaire émise par l'échantillon voit son intensité altérée par le trajet parcouru jusqu'au détecteur. Dans le cas général, deux familles de critères influent sur la valeur de cette intensité :

##### 1) Les critères liés à l'échantillon :

- concentration en chaque élément présent ( $C_A$ ) et deux propriétés traduites par les facteurs :

-  $\mu_P(\lambda_A)$  : coefficient d'absorption massique de l'échantillon pour la longueur d'onde de fluorescence de l'élément A.

-  $\lambda_{ka}$  : longueur d'onde de la discontinuité d'absorption K de l'élément fluorescent A.

##### 2) Les critères liés à l'appareillage :

-  $I(\lambda)$  : intensité du spectre de la source pour la longueur d'onde  $\lambda$  ;

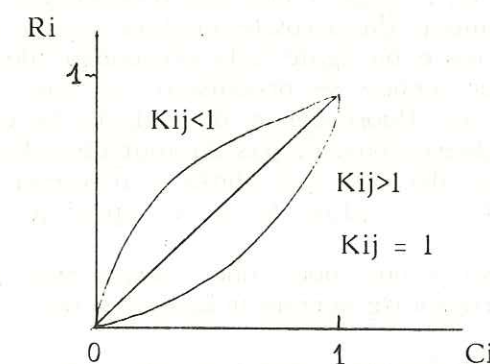
-  $\gamma$  : angle d'incidence de la radiation primaire sur la surface de l'échantillon ;

-  $\gamma'$  : angle d'émergence de la radiation de fluorescence.

Dans les diverses méthodes de mesure utilisées au cours de ce travail seuls  $\mu_P(\lambda_A)$ ,  $\lambda_{ka}$  et  $I(\lambda)$  jouent un rôle.  $\gamma$  et  $\gamma'$  sont identiques par construction dans le cas de poudres (cf. chapitre 2, 1) et leur influence est minimisée dans le cas d'échantillons massifs. Une fois  $I(\lambda)$  fixé (choix de la source adéquate) seuls les termes  $C_i$  et  $\mu_i$  interviennent. Leurs relations (quantifiées par les facteurs  $K_{ij}$  traduisant l'influence de l'élément j sur le dosage de i) se traduisent par des variations positives ou négatives du rayonnement primaire : ce sont les phénomènes de renforcement et d'absorption.

#### 5.1 - Absorption

La figure ci-dessous schématise les différents types de lois de variations intensité/concentration en fonction de la relation existant entre l'élément fluorescent et la matrice :



$K_{ij} < 1$  :  $\mu$  (matrice) <  $\mu$  (élément fluorescent) : intensité renforcée

$K_{ij} > 1$  :  $\mu$  (matrice) >  $\mu$  (élément fluorescent) : intensité abaissée

$K_{ij} = 1$  :  $\mu$  (matrice) =  $\mu$  (élément fluorescent) : égalité (sauf auto-absorption).

Dans le cas des raies d'émission K, tous les éléments ayant un numéro atomique inférieur à celui de l'élément fluorescent sont des absorbants. Mais la position des discontinuités d'absorption est telle que seuls les éléments de numéro atomique  $Z - 1$  (en tant qu'absorbant faible) et  $Z - 2$  (en tant qu'absorbant très fort) ont une importance réelle. Ensuite l'absorption décroît rapidement. Mais les absorptions sont additives, et la présence en quantité importante d'un absorbant



faible a les mêmes conséquences que celle d'une petite quantité d'un absorbant très fort.

### 5.2 - Renforcement (= fluorescence secondaire)

Le phénomène de renforcement se produit quand la radiation de fluorescence primaire d'un autre élément excite à son tour le composé fluorescent étudié.

On montre que dans ce cas les coefficients d'interaction  $K_{ij}$  varient avec  $C_i$  et  $C_j$ .

Le seul cas où la loi d'additivité des  $\mu$  s'applique est celui de la combinaison d'un élément fluorescent à doser avec  $n$  éléments purement absorbants, non "renforçants".

On doit donc limiter l'emploi de spectromètres simples (tels le NE 5017) à ce type de cas.

### 6 - Les effets d'hétérogénéité

L'intensité de fluorescence d'un spécimen non homogène est généralement différente de celle d'un spécimen homogène de même composition. On montre que cet effet d'hétérogénéité est plus sensible lorsque le numéro atomique de l'élément fluorescent décroît.

Pour CLAISSE [4], qui a donné une interprétation qualitative de l'origine de ces effets, il s'agit d'une micro-absorption dans les échantillons formés de deux phases au moins (la porosité comptant pour une phase) : si la taille des particules est supérieure ou égale à la profondeur de pénétration, la majorité des phénomènes de fluorescence se produisent au sein d'une même particule. C'est pourquoi l'intensité de fluorescence dépend de la composition de la phase qui contient l'élément fluorescent, et pas du tout de celle des autres phases. Quand la taille des particules décroît, les photons traversent plusieurs d'entre elles et l'intensité dépend alors plus de la composition globale de l'échantillon.

On montre que pour une composition globale donnée, la fonction caractérisant l'hétérogénéité dépend uniquement de :

- la taille des particules (figures 8,9 et 10) ;
- leur composition minéralogique.

#### 6.1 - Effet granulométrique

Pour un élément fluorescent donné dans un mélange donné, la fonction d'hétérogénéité  $H$  ne dépend que de la taille ( $a$ ) des particules.

La courbe  $H = f(a)$  revêt toujours une forme sigmoïde (figure 8), le rapport entre les intensités des deux paliers pouvant atteindre ou dépasser 10. La partie redressée de la courbe est croissante lorsque l'élément fluorescent est "léger" dans une matrice "lourde" très absorbante, et décroissante dans le cas contraire. Cette zone fortement pentée couvre les granulométries des poudres, et

provoque des fluctuations analytiques importantes sur ce type de support, si l'on n'utilise pas de méthode de correction.

Si l'on travaille sur cuttings ( $>1$  mm), les intensités se situent au-delà de la deuxième rupture de pente, dans une zone de quasi-indépendance entre intensité et granularité.

Lorsque la teneur en élément fluorescent augmente, la courbe tend à s'aplatir et la zone pentée se déplace vers le domaine des fortes teneurs. Autrement dit, dans le cas d'analyses in-situ les variations granulométriques revêtent une grande importance lors d'analyses de poudres pauvres et de cuttings riches en zinc.

Ceci souligne encore la nécessité d'une méthode réduisant l'influence du paramètre granulométrie.

#### 6.2 - Effet minéralogique

L'équation de  $H$  prédit une variation de l'intensité de fluorescence quand la nature du composé fluorescent change, même si la taille ( $a$ ) des particules est constante.

Le cas historique (étudié par CLAISSE) concerne deux échantillons contenant 1% de tungstène sous forme de  $WO_3$  pour l'un ;  $CaWO_4$  pour l'autre. L'intensité varie de 15%, ce que ne peut expliquer la présence de calcium ajouté dans le second cas.

L'annexe 2 montre un exemple de cet effet dans le cas du dosage du zinc sous forme de smithsonite et de blende dans des matrices binaires  $FeOOH - SiO_2$  ou  $FeCO_3 - SiO_2$ .

Les programmes d'étalonnage conçus pour la fluorescence X portable devront donc être différents et adaptés au minéral contenant le zinc.



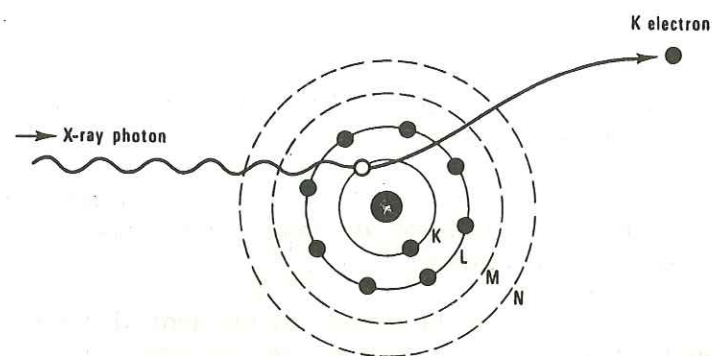


Figure 1

Principe de la fluorescence X : destabilisation d'un atome par éjection d'un électron de l'orbite K. D'après CLAISSE [4]

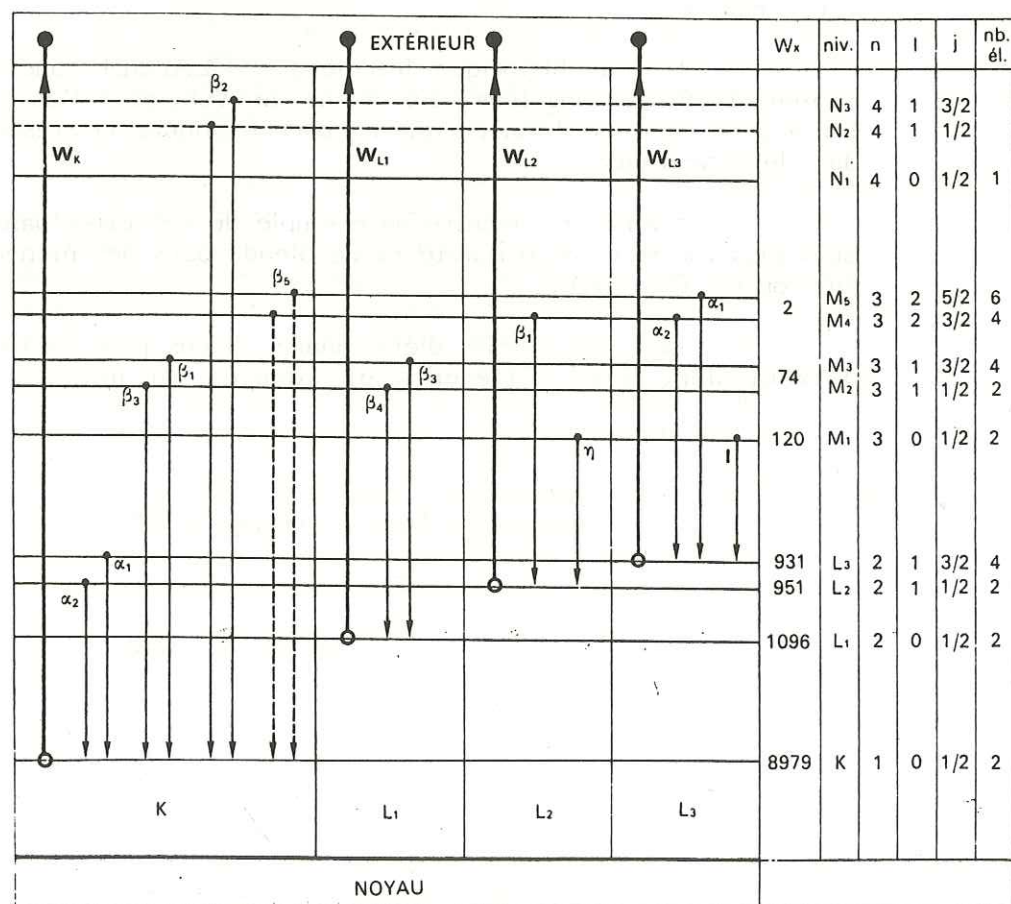


Figure 2

Principales transitions observées dans les phénomènes de fluorescence X.

- → électron éjecté (W)
- ← transition d'un électron d'une orbite plus externe engendrant la radiation de fluorescence (K, L).

Element	K	L <sub>I</sub>	L <sub>II</sub>	L <sub>III</sub>	Element	K	L <sub>I</sub>	L <sub>II</sub>	L <sub>III</sub>
<sup>3</sup> Li	0.055				<sup>46</sup> Pd	24.348	3.607	3.330	3.173
<sup>4</sup> Be	0.111				<sup>47</sup> Ag	25.517	3.807	3.526	3.351
<sup>5</sup> B	0.192				<sup>48</sup> Cd	26.716	4.019	3.728	3.538
<sup>6</sup> C	0.284				<sup>49</sup> In	27.942	4.237	3.939	3.730
<sup>7</sup> N	0.400				<sup>50</sup> Sn	29.195	4.465	4.157	3.929
<sup>8</sup> O	0.532				<sup>51</sup> Sb	30.486	4.698	4.382	4.132
<sup>9</sup> F	0.687				<sup>52</sup> Te	31.811	4.940	4.613	4.342
<sup>10</sup> Ne	0.867				<sup>53</sup> I	33.167	5.192	4.854	4.559
<sup>11</sup> Na	1.072		0.0306		<sup>54</sup> Xe	34.59	5.453	5.104	4.782
<sup>12</sup> Mg	1.303	0.063	0.050	0.049	<sup>55</sup> Cs	35.987	5.721	5.358	5.011
<sup>13</sup> Al	1.560	0.087	0.073		<sup>56</sup> Ba	37.452	5.996	5.623	5.247
<sup>14</sup> Si	1.840		0.101		<sup>57</sup> La	38.934	6.268	5.889	5.484
<sup>15</sup> P	2.144		0.132		<sup>58</sup> Ce	40.453	6.548	6.161	5.723
<sup>16</sup> S	2.470				<sup>59</sup> Pr	42.002	6.834	6.439	5.963
<sup>17</sup> Cl	2.820				<sup>60</sup> Nd	43.574	7.129	6.723	6.209
<sup>18</sup> Ar	3.203				<sup>61</sup> Pm	45.198	7.436	7.014	6.461
<sup>19</sup> K	3.608		0.295		<sup>62</sup> Sm	46.849	7.748	7.313	6.717
<sup>20</sup> Ca	4.038		0.353	0.349	<sup>63</sup> Eu	48.519	8.061	7.620	6.981
<sup>21</sup> Sc	4.489				<sup>64</sup> Gd	50.233	8.386	7.931	7.243
<sup>22</sup> Ti	4.965		0.454		<sup>65</sup> Tb	52.002	8.717	8.253	7.515
<sup>23</sup> V	5.464				<sup>66</sup> Dy	53.793	9.055	8.583	7.790
<sup>24</sup> Cr	5.989	0.742	0.693	0.599	<sup>67</sup> Ho	55.619	9.399	8.916	8.068
<sup>25</sup> Mn	6.538				<sup>68</sup> Er	57.487	9.757	9.262	8.358
<sup>26</sup> Fe	7.111		0.721	0.707	<sup>69</sup> Tm	59.38	10.121	9.617	8.650
<sup>27</sup> Co	7.710		0.794	0.779	<sup>70</sup> Yb	61.30	10.490	9.976	8.944
<sup>28</sup> Ni	8.332		0.871	0.854	<sup>71</sup> Lu	63.31	10.874	10.345	9.249
<sup>29</sup> Cu	8.980		0.953	0.933	<sup>72</sup> Hf	65.31	11.274	10.736	9.558
<sup>30</sup> Zn	9.661	1.198	1.045	1.022	<sup>73</sup> Ta	67.403	11.682	11.132	9.877
<sup>31</sup> Ga	10.368	1.303	1.145	1.117	<sup>74</sup> W	69.508	12.100	11.538	10.200
<sup>32</sup> Ge	11.104	1.413	1.249	1.217	<sup>75</sup> Re	71.658	12.530	11.954	10.531
<sup>33</sup> As	11.865	1.529	1.359	1.324	<sup>76</sup> Os	73.856	12.972	12.381	10.868
<sup>34</sup> Se	12.655	1.653	1.474	1.434	<sup>77</sup> Ir	76.101	13.423	12.820	11.211
<sup>35</sup> Br	13.470	1.781	1.599	1.553	<sup>78</sup> Pt	78.381	13.883	13.272	11.561
<sup>36</sup> Kr	14.324	1.915	1.730	1.677	<sup>79</sup> Au	80.720	14.324	13.736	11.921
<sup>37</sup> Rb	15.202	2.063	1.866	1.807	<sup>80</sup> Hg	83.109	14.842	14.215	12.281
<sup>38</sup> Sr	16.107	2.217	2.009	1.941	<sup>81</sup> Tl	85.533	15.343	14.699	12.661
<sup>39</sup> Y	17.038	2.377	2.154	2.079	<sup>82</sup> Pb	88.005	15.855	15.205	13.041
<sup>40</sup> Zr	17.999	2.541	2.305	2.222	<sup>83</sup> Bi	90.534	16.376	15.719	13.426
<sup>41</sup> Nb	18.987	2.710	2.464	2.371	<sup>84</sup> Ra	92.236	16.886	16.236	13.806
<sup>42</sup> Mo	20.002	2.881	2.627	2.523	<sup>85</sup> Ac	109.646	20.464	19.683	16.299
<sup>43</sup> Tc	21.047	3.055	2.795	2.678	<sup>86</sup> Rn		21.168	20.358	16.765
<sup>44</sup> Ru	22.119	3.233	2.966	2.838	<sup>87</sup> Fr	115.62	21.771	20.945	17.165
<sup>45</sup> Rh	23.220	3.417	3.143	3.002	<sup>88</sup> Ra		23.109	22.253	18.054

Tableau 1

Seuils d'excitation (keV) des principales transitions pour les 94 premiers éléments de la classification périodique. In CLAISSE [4]



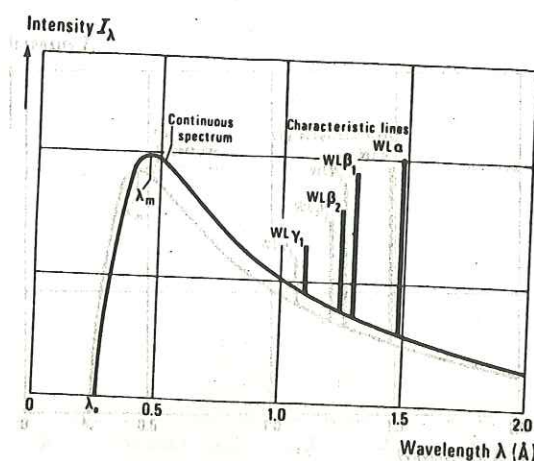


Figure 3

Composantes d'un spectre émis par un tube à rayons X  
(anticathode de Tungstène) in CLAISSE [4]

## SOURCES OF LOW ENERGY ELECTROMAGNETIC RADIATION

Radioisotope	Half-life (years)	Mode of Decay	Useful Radiation Emitted (keV)	Photons per Disint. (%)	Approx. Output* into 2 $\pi$ Steradians (photons/mCi sec)	Typical Activity for Scintillation and Proportional Counters	Typical Activity for High Resolution Si and Ge Detectors
<sup>55</sup> Fe	2.7	E.C.	5.9 (Mn K X-ray)	28.5	$5 \times 10^6$	2mCi	5mCi
<sup>3</sup> H/Zr	12.3	$\beta$	2-12 (bremss.) 2 (Zr L X-rays)	$4 \times 10^{-3}$ $10^{-3} - 10^{-2}$	—	>2Ci	>2Ci
<sup>3</sup> H/Ti	12.3	$\beta$	2-12 (bremss.) 4.5 (Ti K X-rays)	$10^{-2}$	—	>2Ci	>2Ci
<sup>238</sup> Pu	86.4	$\alpha, \gamma$	12-22 (UL X-rays)	13	$2 \times 10^6$	10mCi	30mCi
<sup>109</sup> Cd	1.3	E.C.	22.1 (Ag K X-rays) 88 ( $\gamma$ -ray)	107 4	$1.8 \times 10^7$	1mCi	3mCi
<sup>147</sup> Pm/Al or ceramic	2.6	$\beta$	10-100 (bremss.) (but up to 260)	0.4	—	0.5Ci	10Ci
<sup>241</sup> Am	458	$\alpha, \gamma$	12-22 (Np L X-rays) 26 ( $\gamma$ -ray) 59.6 ( $\gamma$ -ray)	37 2 3	— — $6 \times 10^6$	10mCi	100mCi
<sup>153</sup> Gd	0.65	E.C.	41 (Eu K X-rays) 70 ( $\gamma$ -ray) 97 ( $\gamma$ -ray) 103 ( $\gamma$ -ray)	110 2.6 30 20	$7.6 \times 10^6$	1mCi	3mCi
<sup>57</sup> Co	0.74	E.C.	6.4 (Fe K X-rays) 14 ( $\gamma$ -ray) 122 ( $\gamma$ -ray) 136 ( $\gamma$ -ray) 700 ( $\gamma$ -ray)	48 8.2 85 11 0.2	$1.6 \times 10^7$	1mCi	3mCi

Tableau 2  
Caractéristiques des sources radioisotopiques les plus courantes.  
Document Nuclear Entreprises

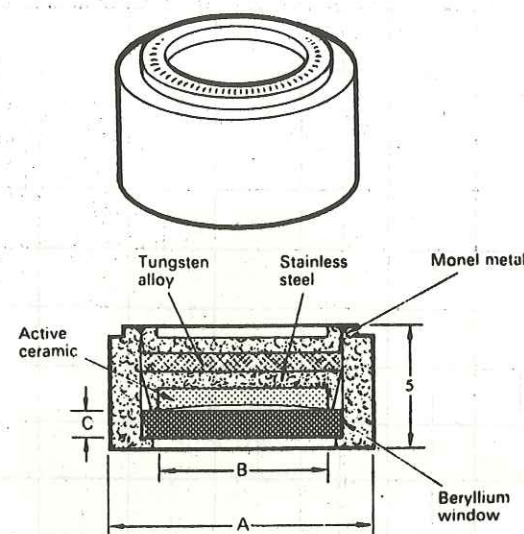
[illegible]

Tableau 3

Domaine d'application des principales sources radioisotopiques  
décrites dans le tableau 2.  
Document Nuclear Entreprises



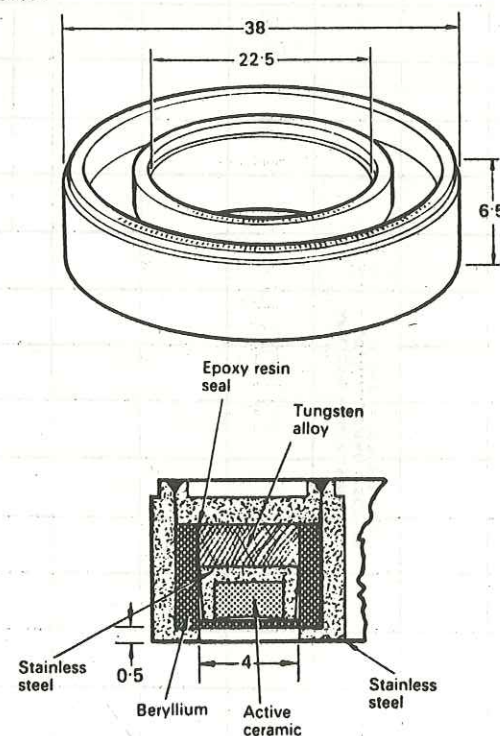
a - X.131/4,134/4



Capsule dimensions and Safety performance testing

Capsule	Overall diam. 'A' mm	Active diam. 'B' mm	Window thickness 'C' mm	Safety performance testing ISO classification	IAEA special form
X.131/4	10.8	7.2	0.95-1.05	C64344	GB/144/S
X.134/4	15	10.6	0.95-1.05	C64344	GB/146/S

b - X.87/2



Safety performance testing

ISO classification  
C.34343

Figure 4

Caractéristiques des sources de Pu 238 discoïde (a) et annulaire (b).  
Document AMERSHAM France

Photoelectric absorption coefficient  $\tau$

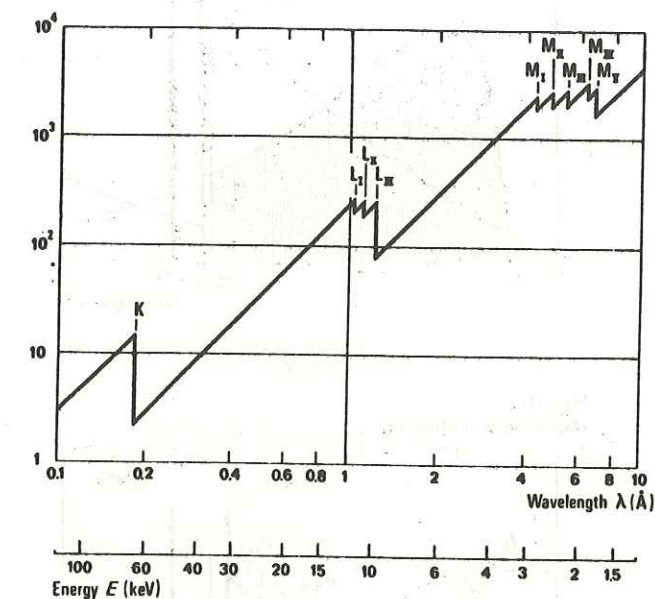


Figure 5

Spectre d'absorption du Tungstène. In CLAISSE [4]

Absorption jump  $r_K$

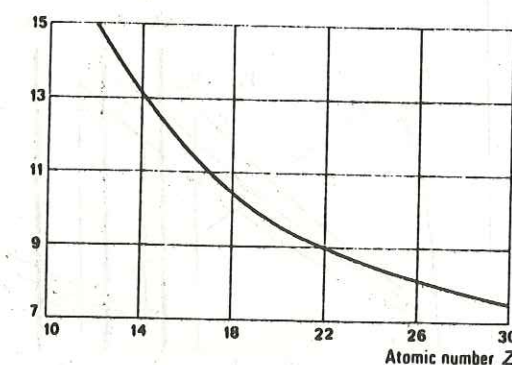


Figure 6

Relation entre hauteur de la discontinuité d'absorption et numéro atomique.  
In CLAISSE [4] d'après HEINRICH (1966)



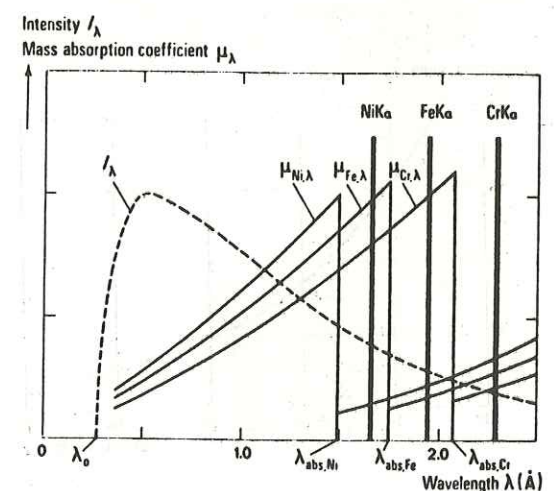
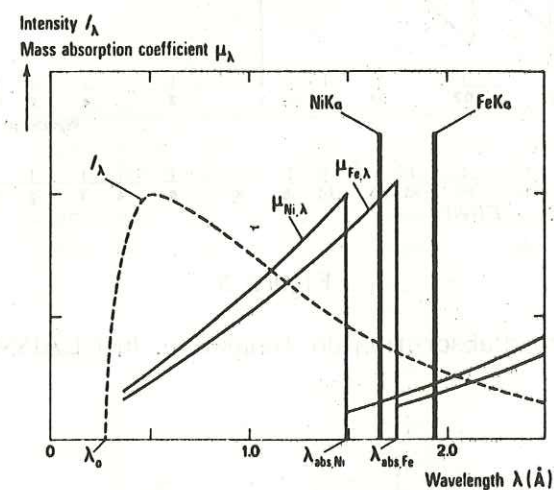
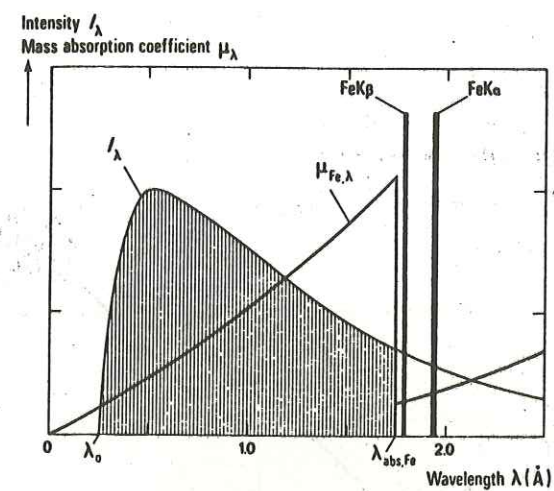


Figure 7

Schémas explicatifs des mécanismes de fluorescence primaire (a),  
secondaire (b) et tertiaire (c) dans le cas du triplet Fe, Ni, Cr.  
In CLAISSE [4]

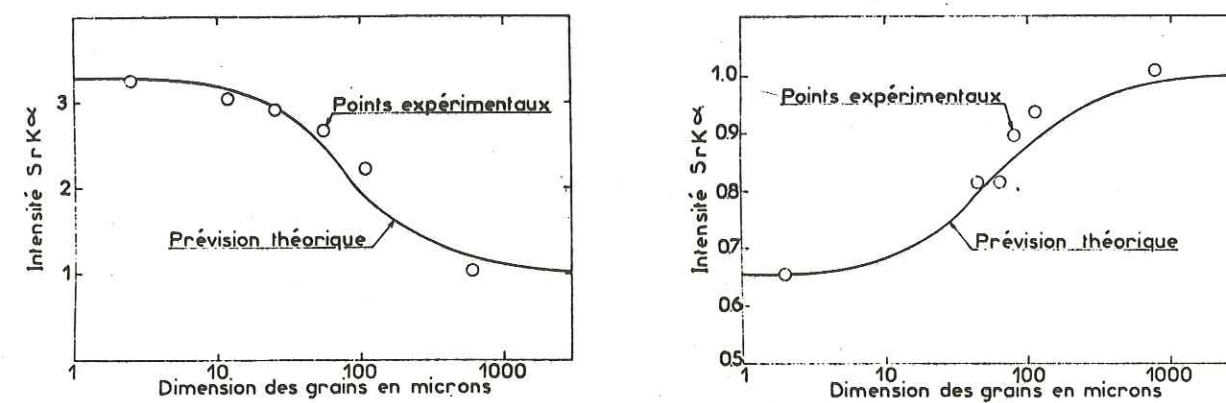


Figure 8

Effet granulométrique

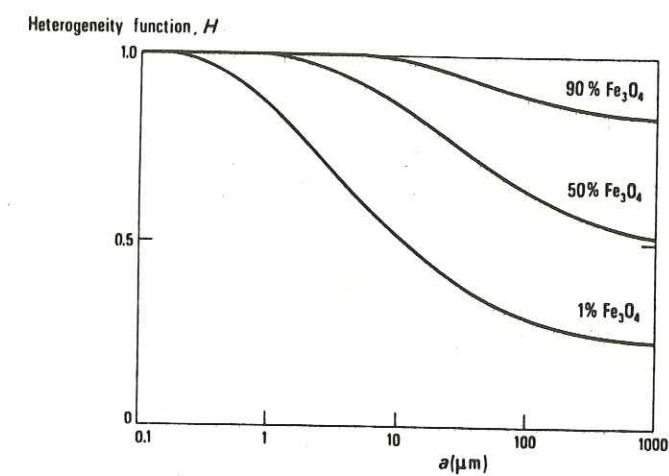


Figure 9

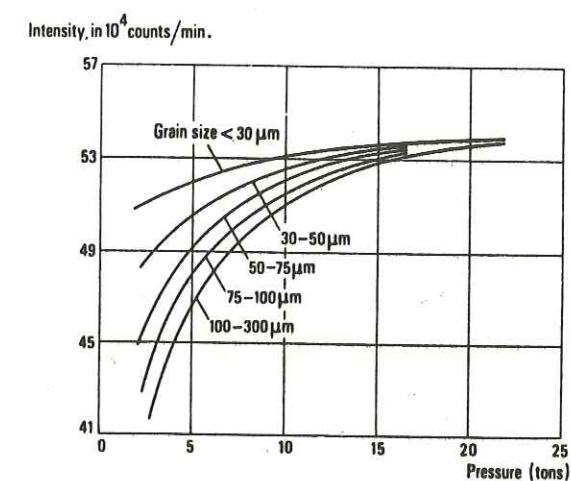
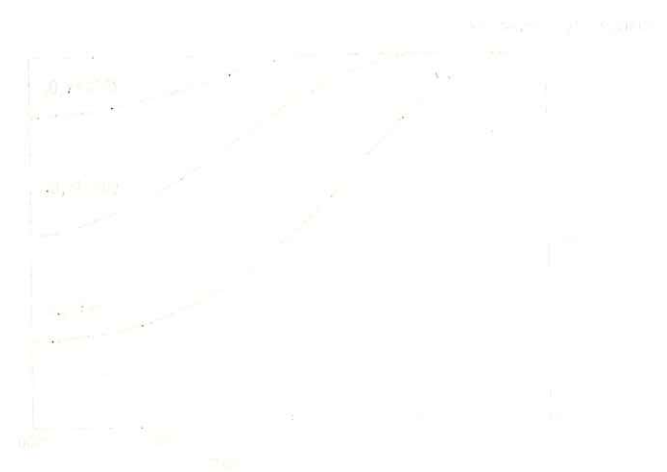


Figure 10





**ANNEXE 2**  
**METHODE D'ETALONNAGE "ABAQUE"**



## 1 - But

Le programme "ABAQUE" est conçu sur APPLE IIe pour permettre le calcul de :

- l'intensité de fluorescence primaire issue d'un échantillon formé par :

- n éléments fluorescents ;

- une matrice complexe (éléments uniquement absorbants)

excités par une source de spectre déterminé.

- Les intensités théoriques  $T$  et  $\Delta$  reçues par le détecteur d'un appareil non dispersif utilisant une paire de filtres de Ross de caractéristiques données.

Le but est le dosage d'un élément fluorescent (Zn par exemple) avec correction de l'effet dû à un autre élément fluorescent présent dans l'échantillon (Fe, As, Pb,...).

Le programme permet de prendre en compte autant d'éléments fluorescents qu'on le désire, mais l'abaque ne restitue que les rapports entre deux d'entre eux (deux dimensions).

## 2 - Base de données

La formule de l'intensité de fluorescence primaire utilisée est celle de Vié-le-Sage citée en Annexe I.

Pour la résoudre, le programme utilise des fichiers basés sur la discrétisation du spectre de la source et des courbes d'absorption massique des corps purs, des minéraux et de la matrice en fonction de la longueur d'onde :

- "LONDON" : fichier des longueurs d'onde retenues pour la discrétisation du spectre de la source ;

- "SPECTRE" : fichier des intensités relatives du spectre aux longueurs d'onde répertoriées dans "London" ;

- fichiers CORPS PURS : fichiers des spectres d'absorption des corps purs permettant de construire les :



- fichiers MINERAUX : fichiers des coefficients d'absorption massique des minéraux de la matrice, calculés à partir des précédents et des formules stoechiométriques des minéraux ;

- "MATRICE" : fichier contenant les coefficients d'absorption massique de la matrice. Ce fichier est constitué par calcul à partir des précédents pour chaque nouvel échantillon.

### 3 - Calcul

Voir organigramme (figure 1)

L'intégrale est calculée par un sous-programme SPLINE (principe de calcul d'une fonction passant par tous les points expérimentaux et minimisant la courbure entre ces points).

On simule ensuite le passage à travers les filtres Cu et Ni.

Pour rendre l'abaque utilisable en pratique, une corrélation entre valeurs théoriques et valeurs expérimentales est nécessaire pour :

- déterminer la valeur de la constante  $Q_A$  de la formule théorique, intégrant alors les caractéristiques de l'électronique de comptage (tension,...) ;

- quantifier, au moyen du coefficient de corrélation, le pourcentage du phénomène expliqué par le modèle. On compare donc pour un nombre donné d'échantillons naturels de composition bien connue les valeurs théoriques fournies par le programme et les comptages expérimentaux obtenus sur le NE 5017.

Dans les exemples présentés par les figures 8 et 9, les coefficients de corrélation valent 99.8 et 99.9 % pour la smithsonite et 99.7 % pour la blende (figures 10, 11, 12 et 13).

Ces valeurs montrent que dans le cas du dosage du zinc en présence de fer on peut assimiler l'intensité mesurée à une intensité de fluorescence primaire.

Le fer, qui n'est pas dosable avec la paire de filtres utilisée (Cu-Ni), apparaît néanmoins dans les deux comptages : variation de T due à la fluorescence du fer, variation de  $\Delta$  due à son absorption. De plus les filtres agissent en sens inverse pour les deux éléments considérés.

### 4 - Utilisation

La forme générale de ces abaques a déjà été commentée au chapitre 1, deuxième partie.

Les calculs réalisés sur les très fortes teneurs en Zn montrent qu'il existe une déformation des iso-lignes dans la partie extrême du diagramme, ce qui le rapproche encore de celui imaginé par D.SY pour le baryum (figure 7).

On rappelle que dans ces diagrammes  $T = f(\Delta)$  une mesure expérimentale correspond à une seule composition ternaire Zn/Fe/matrice. On possède donc un moyen de déterminer indirectement la plage de teneur en Fe d'un échantillon.

Les figures 14 et 15 donnent un exemple d'utilisation de cette méthode, à la mine de zinc de Saint-Salvy.

Dans la figure 14, les sections 1 et 2 donnent les compositions des étalons utilisés pour ajuster l'abaque théorique aux valeurs expérimentales. La section 3 donne les résultats calculés pour ces étalons grâce à :

- la courbe d'étalonnage  $T/\Delta = f(\text{teneur})$  : les valeurs sont désignées par le terme "XRF classique". On note les très bons résultats fournis par cette courbe pour des valeurs comprises entre 0.5 et 18 %. Par contre les résultats divergent assez nettement au delà de 20%, ce qui est lié à l'applatissage de la courbe. Il faut rappeler que cette courbe est aussi sensible à la teneur en fer des échantillons.

- la transformation par l'abaque : la méthode consiste à transformer les valeurs expérimentales en valeurs "abaque" puis à projeter le point obtenu sur une des droites "iso-Fe" avant de calculer  $T/\Delta$ . Cette étape est réalisée par le sous-programme "TRANSFAB". On constate que pour des teneurs variant entre 0 et 20%, les résultats sont moins bons que ceux fournis par l'étalonnage classique. Ceci est dû à la méthode de projection et aux hypothèses simplificatrices adoptées (parallélisme des droites).

Par contre l'intérêt de cette méthode apparaît nettement dans deux cas :

- fortes teneurs parmi les étalons : on note la nette amélioration apportée par "transfab" dans la détermination des teneurs supérieures à 20% ;



- échantillons naturels (quelconques, autres que les étalons pour lesquels les valeurs trouvées résultent d'une optimisation) : la section 4 du tableau montre comment "transfab" permet de corriger les intensités affectées par la présence de Fe en très grande quantité (voir en particulier l'échantillon W 35 en particulier, qui est corrigé de 3.5 à 8.3 %, la chimie donnant un résultat de 8.5 % Zn). Sur les fortes teneurs, représentées par des concentrés de blende, on note aussi une nette amélioration des résultats.

Toutefois toutes ces analyses mettent encore en lumière qu'on ne peut prendre en compte la présence de plus de trois composés dans l'échantillon : l'existence de teneurs en Pb supérieures à celle des étalons perturbe l'analyse de façon importante.

### 5 - Conclusion

Cette approche théorique du phénomène de fluorescence du Zinc et de sa mesure par un analyseur non dispersif a permis de bien appréhender la signification des comptages T et  $\Delta$  et de les utiliser dans des méthodes analytiques plus évoluées que les précédentes.

Ce faisant, on a pu vérifier le fondement théorique des constatations expérimentales de D.SY, et les étendre à d'autres cas. Ceci montre au passage que le galbe des courbes obtenues dépend de la nature des éléments fluorescents. Pour le couple zinc-fer, ce galbe est si faible que l'on peut assimiler les courbes à des droites. Il n'en va pas de même pour les couples zinc-plomb, baryum-fer et semble-t-il d'après les premiers essais, tungstène-fer.

Sur poudres, cette méthode donne jusqu'ici d'excellents résultats. Il reste à tester l'influence de paramètres tels humidité, granulométrie, etc... sur les résultats afin d'essayer d'éliminer par la suite le recours à la courbe T/ $\Delta$  au moyen de "transfab".

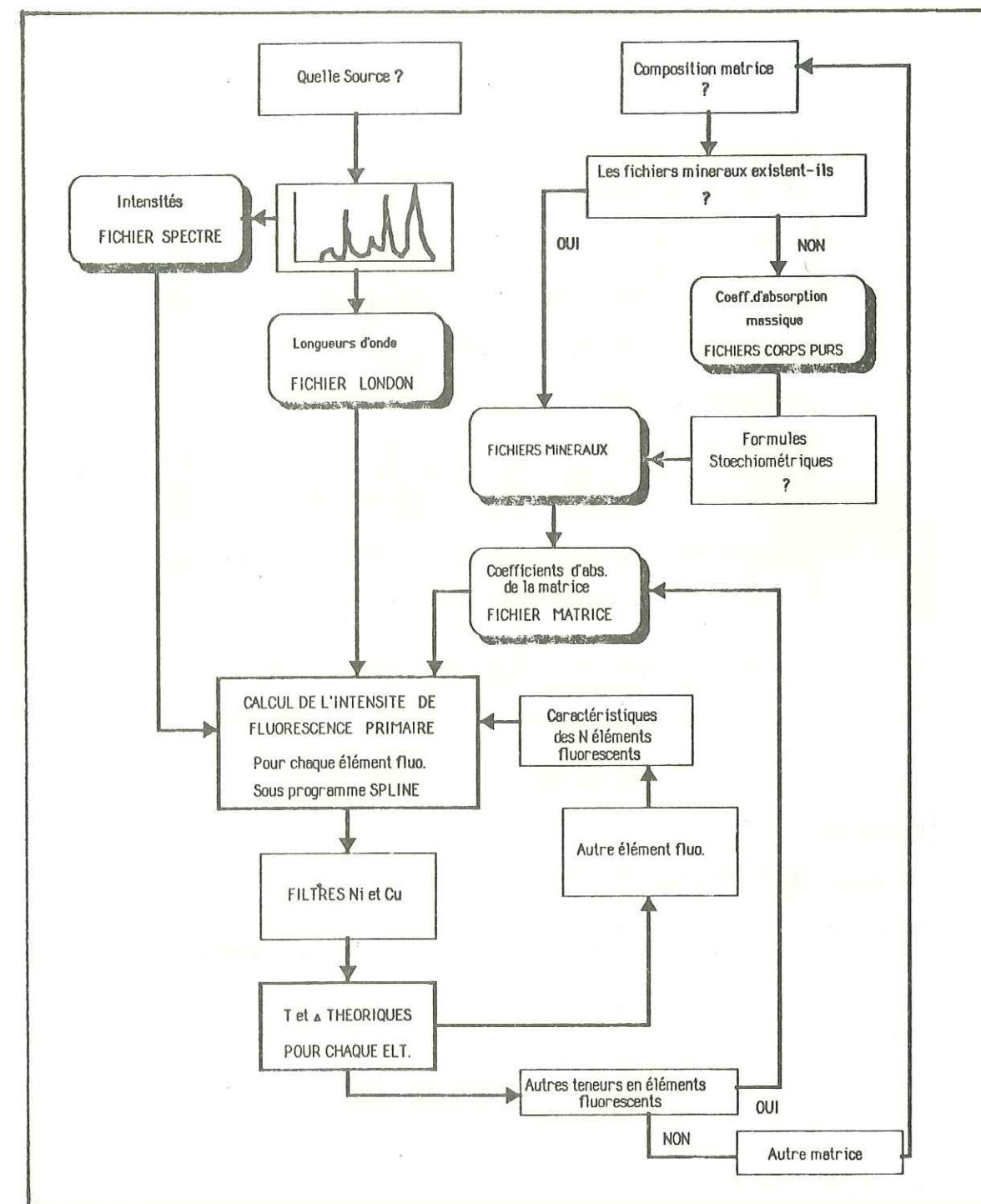


Figure 1  
Organigramme du programme abaque



SPECTRE ...

NOMBRE DE LONGUEURS D'ONDE : 25  
 NOMBRE D'ELEMENTS FLUO. : 2

ELEMENT FLUORESCENT N. 1 : SYMBOLE : ZN

COEFF.D'ABS.MASS. DE CU POUR ZN ? : 41  
 COEFF.D'ABS.MASS. DE NI POUR ZN ? : 290  
 N. DE LA LONGUEUR D'ONDE DE FLUO. : 25

CONCENTRATION EN ZN DANS L'ECHANTILLON 5

ELEMENT FLUORESCENT N.2 : SYMBOLE : FE

COEFF.D'ABS.MASS. DE CU POUR FE ? : 96  
 COEFF.D'ABS.MASS. DE NI POUR FE ? : 90  
 N. DE LA LONGUEUR D'ONDE DE FLUO. : 25

CONCENTRATION EN FE DANS L'ECHANTILLON 30

Figure 2  
 Ecran 1 : définition des conditions d'analyse

MATRICE ...

NOMBRE DE MINERAUX : 3

MINERAL N. 1 : FORMULE : ZNS  
 SON FICHER EXISTE-T-IL (1) OU FAUT-IL LE CREER (2) ? : 1

MINERAL N. 2 : FORMULE : FEC03  
 SON FICHER EXISTE-T-IL (1) OU FAUT-IL LE CREER (2) ? : 1

MINERAL N. 3 : FORMULE : SI02  
 SON FICHER EXISTE-T-IL (1) OU FAUT-IL LE CREER (2) ? : 1

CONCENTRATION EN ZNS DANS LA MATRICE : 7.44  
 CONCENTRATION EN FEC03 DANS LA MATRICE : 62.1  
 CONCENTRATION EN SI02 DANS LA MATRICE : 30.44

Figure 3  
 Ecran 2 : définition de la matrice

1	0	1	0
2	3.23069237	2	1.89384797
3	16.4009169	3	9.35890009
4	.68961114	4	.370552095
5	.593095687	5	.376438815
6	110.412394	6	67.447735
7	8.8176934	7	5.41373288
8	25.1507945	8	16.2922343
9	3.6338129	9	2.24445103
10	4.88169218	10	3.13726334
11	.814503259	11	.475531888
12	17.4822971	12	10.4091494
13	127.467959	13	78.3032381
14	32.2404824	14	20.0482165
15	12.300455	15	7.9134417
16	1.56908284	16	1.01106147
17	9.02082839	17	5.49905144
18	9.34323317	18	6.01885595
19	.544720676	19	.342910287
20	1.48290923	20	.894262744
21	0	21	0
22	0	22	0
23	0	23	0
24	0	24	0
25	0	25	0
*		*	

Figure 4  
 Ecran 3 : calcul des intensités  
 pour chaque longueur d'onde et chaque élément fluorescent (ici 2)

```

*****
* CONCENTRATION EN ZNS
* CONCENTRATION EN FE30
*****
* MATRICE:
* ZNS          7.44
* FEC03        62.1
* SI02         30.44
*****
* INTENSITE EN TRANSMISSION :
* DUE A L'ELT :ZN : 181.1
* DUE A L'ELT :FE : 198.1
* DUE A L'ENSEMBLE :379.3
* INTENSITE DELTA :
* DUE A L'ELT :ZN : 180.4
* DUE A L'ELT :FE : -33.5
* DUE A L'ENSEMBLE :146.9
*****

```

Figure 5  
 Ecran 4 : résultat du calcul



\* VOULEZ-VOUS :

ARRETER.....<1>

CHANGER LA CONCENTRATION EN ELTS FLUO. ....<2>

CHANGER LA NATURE DES ELEMENTS FLUO. ....<3>

CHANGER LES ELEMENTS DE LA MATRICE.....<4>

CHANGER LEURS PROPORTIONS.....<5>

CALCULER EN CHAINE SUR DES GAMMES DE TENEUR...<6>

\*\* VOTRE CHOIX : 1 \*\*

Figure 6

Ecran 5 : options et fin du calcul

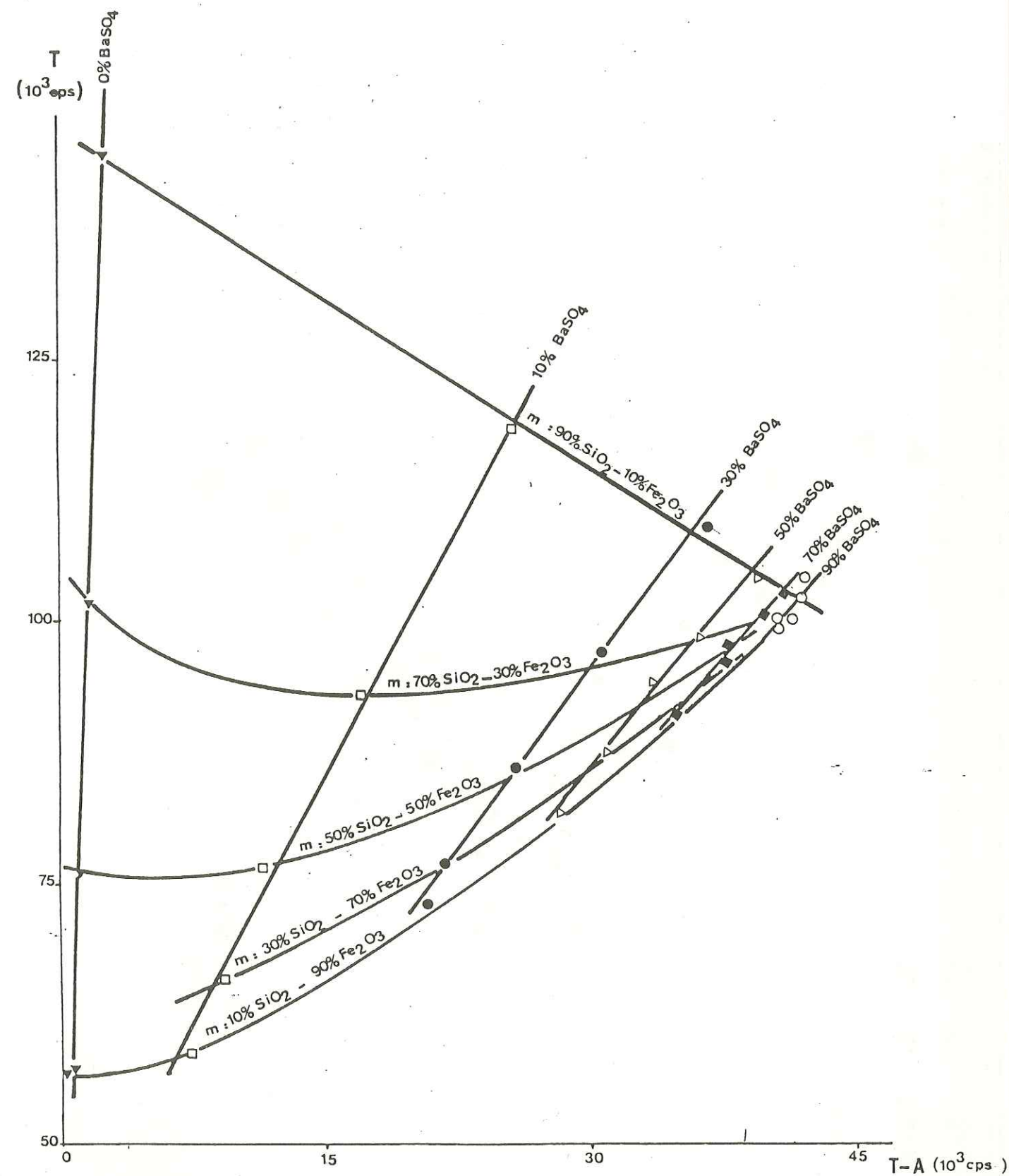
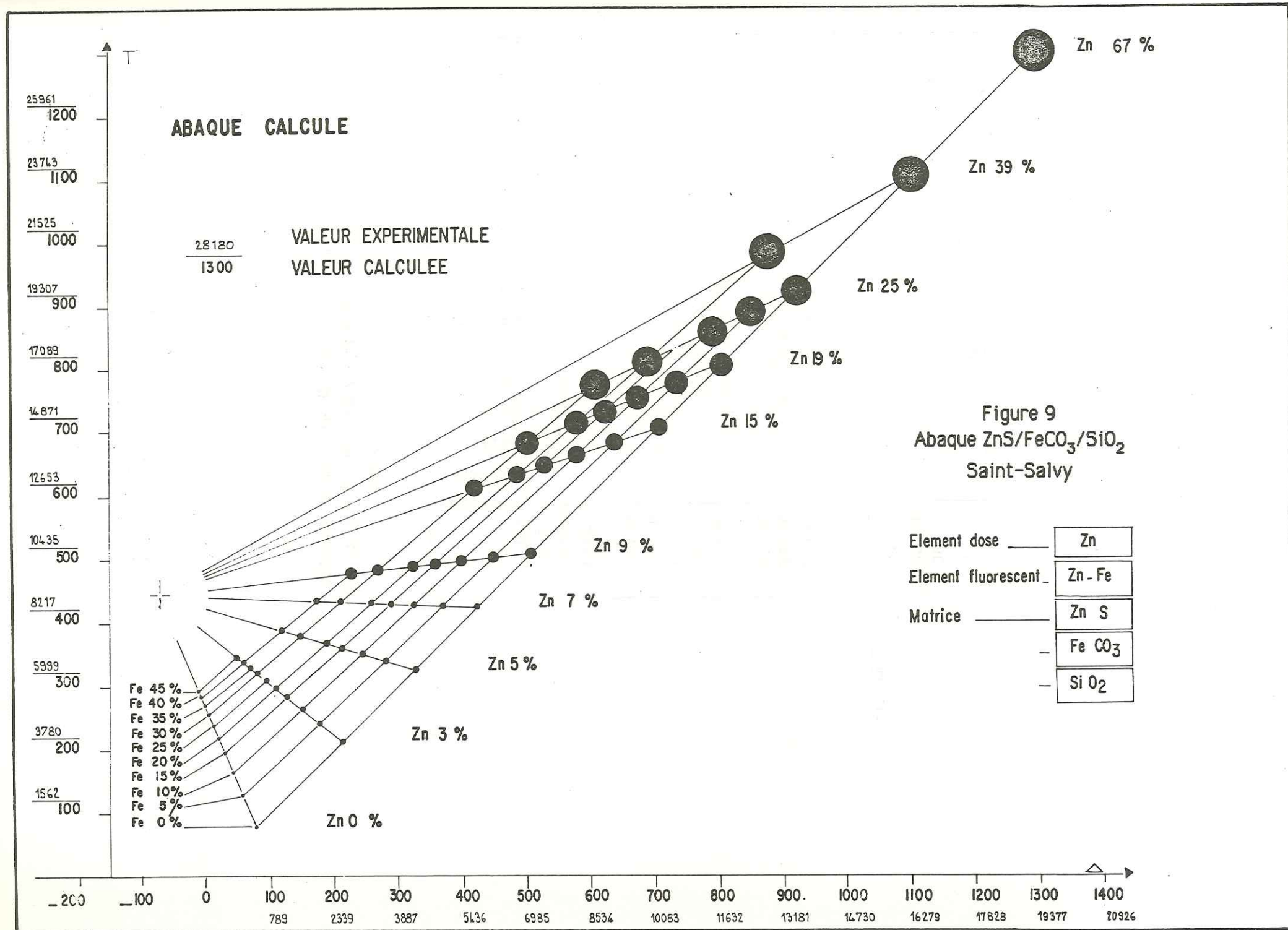
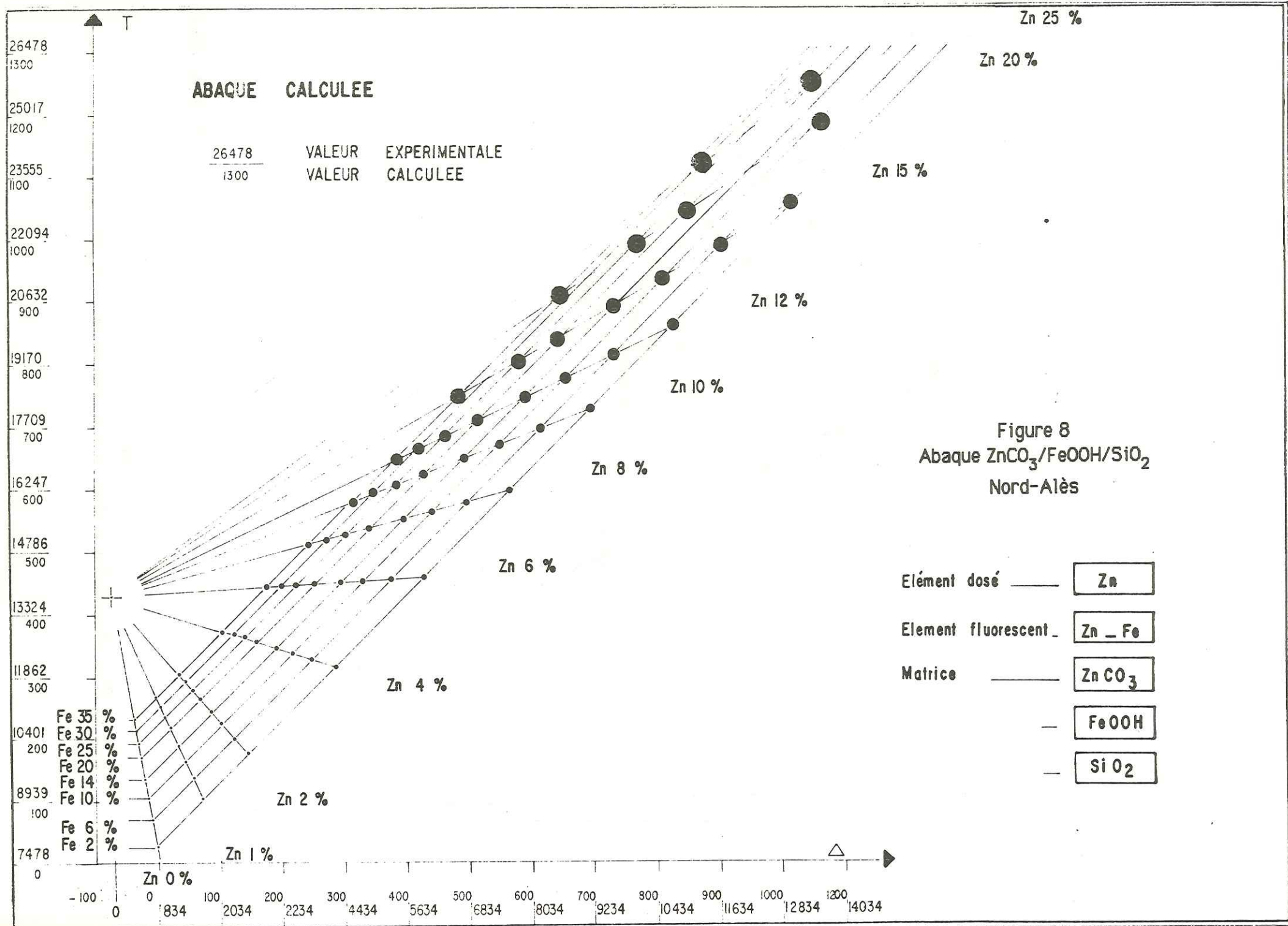


Figure 7

Diagramme expérimental de D.SY pour la barytine [32]







DATA		
Point #1:	X=191.6	Y=11196
Point #2:	X=302.4	Y=11391
Point #3:	X=414.6	Y=13031
Point #4:	X=519.6	Y=14729
Point #5:	X=642.6	Y=17091
Point #6:	X=882.3	Y=20567
Point #7:	X=1132.4	Y=24198
Point #8:	X=1395	Y=27552
Point #9:	X=1695.5	Y=32438

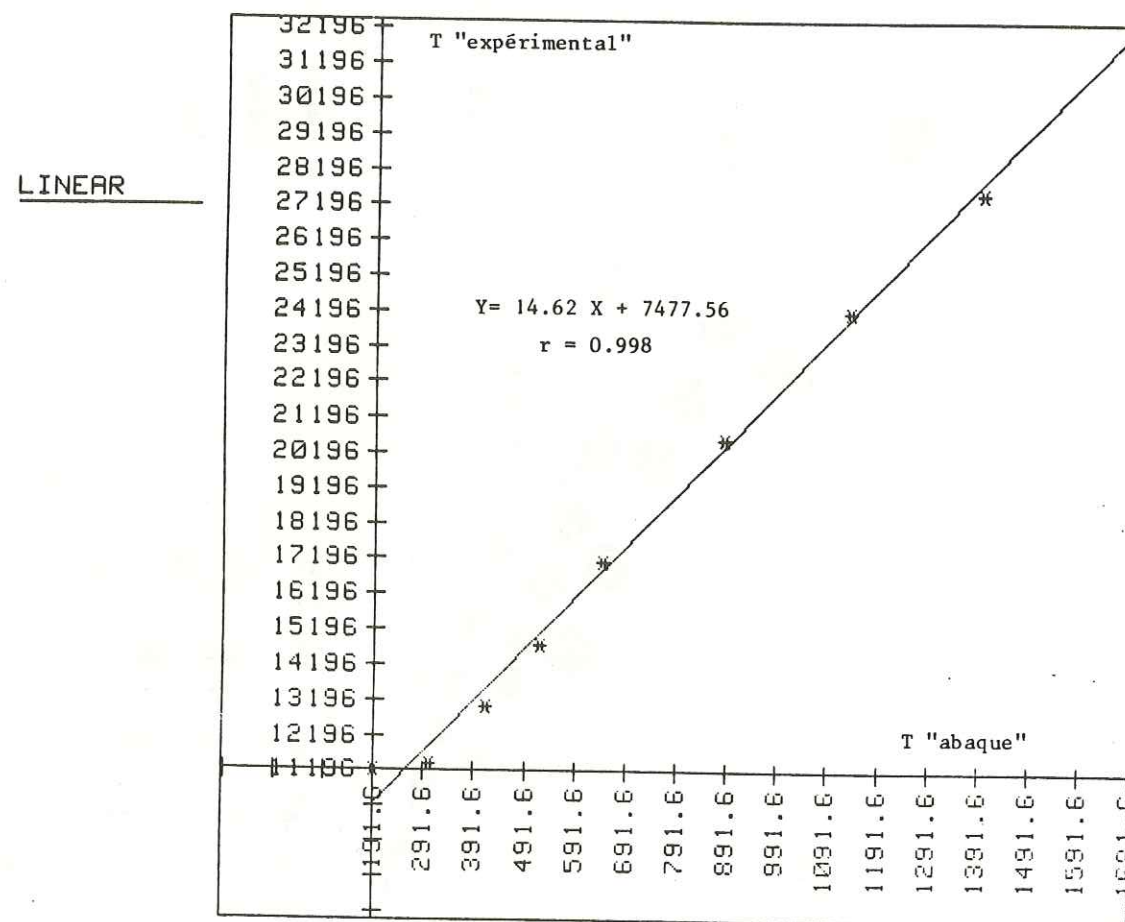


Figure 10  
Correlation T expérimental/T "abaque"  
Minerai oxydé de Nord-Alès

DATA		
Point #1:	X=-29.8	Y=75.7
Point #2:	X=79.4	Y=1635
Point #3:	X=202.2	Y=3187
Point #4:	X=318.3	Y=4805
Point #5:	X=450.3	Y=6601
Point #6:	X=706.4	Y=9647
Point #7:	X=978.8	Y=12815
Point #8:	X=1255.4	Y=15695
Point #9:	X=1579.9	Y=19533

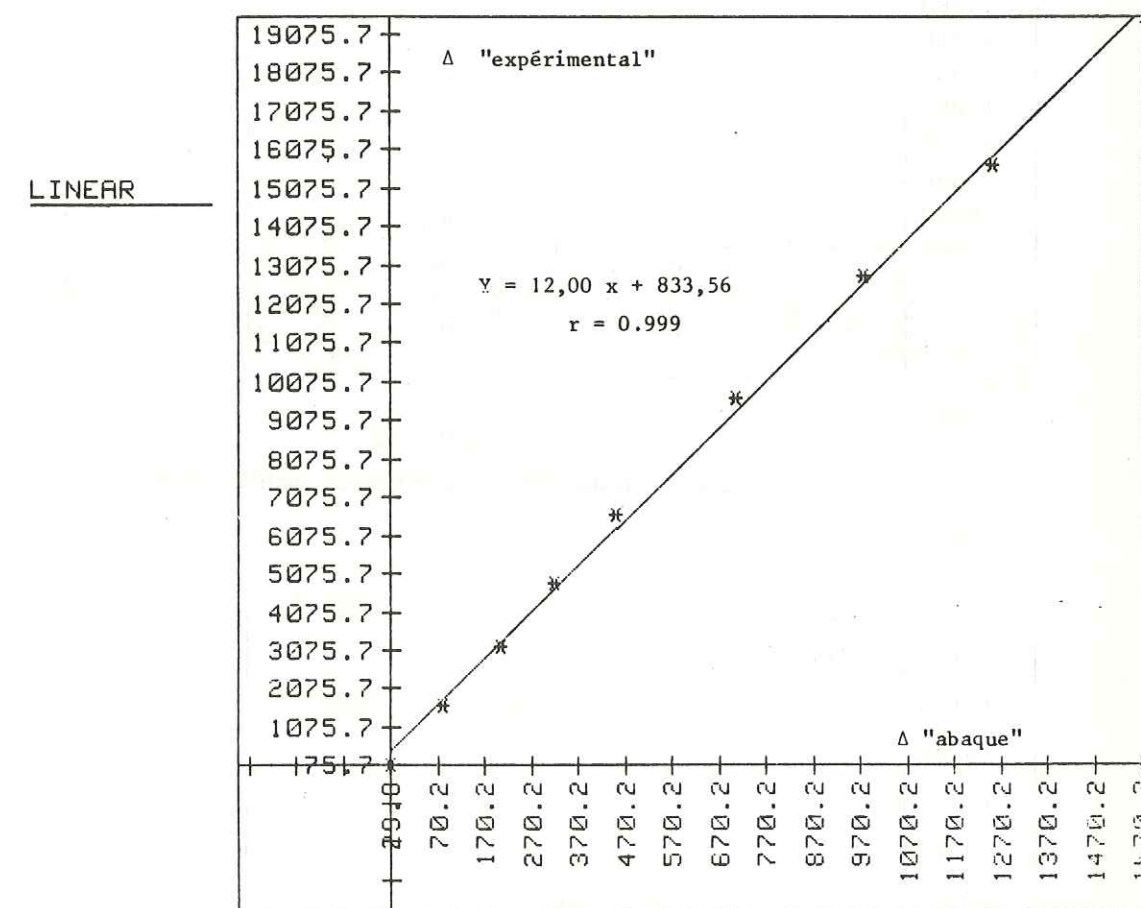
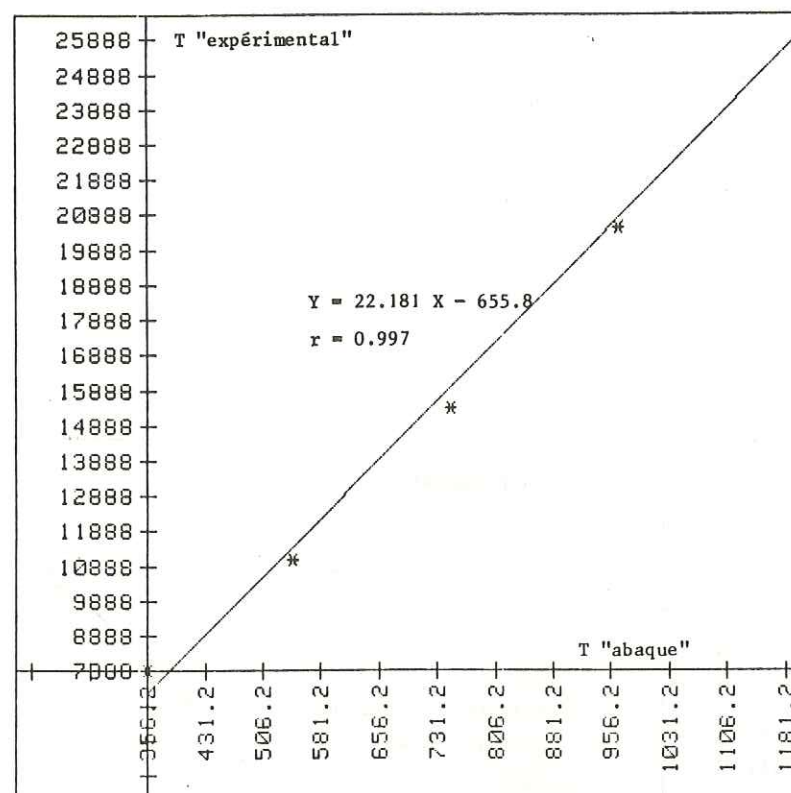


Figure 11  
Corrélation Δ expérimental/Δ "abaque"  
Minerai oxydé de Nord-Alès

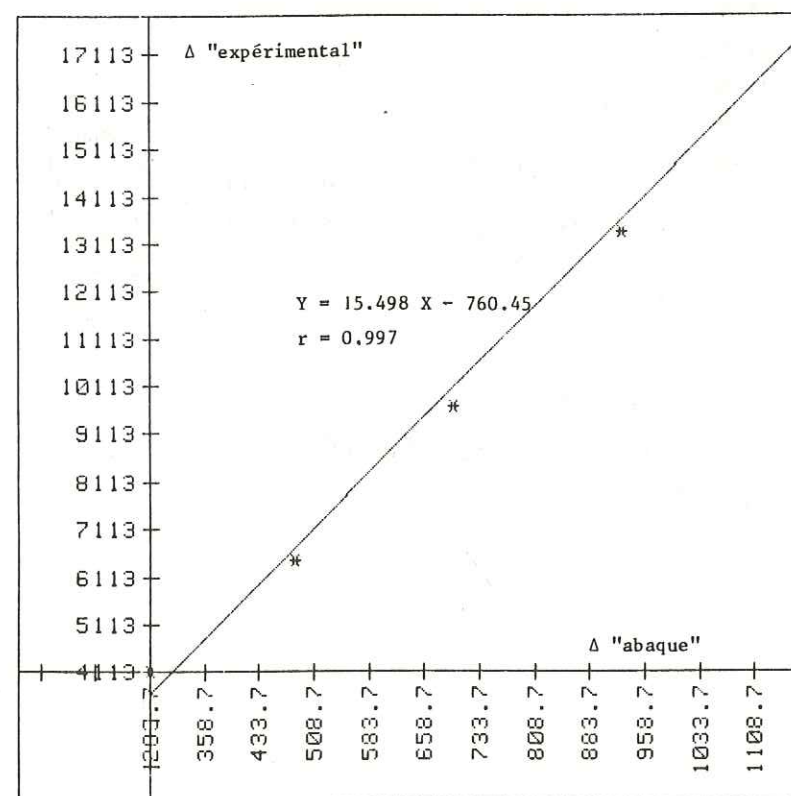




DATA

Point #1:	X=356.2	Y=7888
Point #2:	X=748.3	Y=15390
Point #3:	X=545.3	Y=11090
Point #4:	X=967.3	Y=20535
Point #5:	X=1205.1	Y=26598

Figure 12  
Corrélation des T, blende de Saint-Salvy



DATA

Point #1:	X=283.7	Y=4113
Point #2:	X=697.4	Y=9675
Point #3:	X=483.1	Y=6461
Point #4:	X=928.6	Y=13384
Point #5:	X=1179.7	Y=17932

Figure 13  
Corrélation des Δ, blende de Saint-Salvy

### 1- ETALONS FOURNIS

Ref.	Zn (%)	Fe (%)	eq.ZnS	eq.FeCO3	SiO2
SS0	5.3	6.1	7.90	12.63	79.47
SS10	55.1	4.1	82.10	9.11	8.79

### 2- ETALONS RECOMPOSES

Ref.	Zn (%)	Fe (%)	eq.ZnS	eq.FeCO3	SiO2
SS1	17.75	5.67	26.45	11.74	61.81
SS2	10.28	5.93	15.32	12.27	72.41
SS3	30.20	5.25	45.00	10.87	44.13
SS4	3.97	5.78	5.92	11.96	87.56
SS5	2.65	4.26	3.95	8.82	89.53
SS6	1.33	2.73	1.98	5.65	91.50
SS7	0.53	1.82	0.79	3.76	92.69

### 3- VALEURS OBTENUES

	Chimie (* = fournie; + = calculée)	XRF (valeurs vraies)	XRF (transfab)
SS0*	5.3	5.3	4.9
SS1+	17.75	17.7	17.4
SS2+	10.28		10.7
SS3+	30.20	28.3	29.8
SS4+	3.97	3.9	3.8
SS5+	2.65	2.5	2.7
SS6+	1.33	1.3	1.2
SS7+	0.53	0.5 (appr.)	0.5
SS10*	55.10	53.3	55.1

Figure 14  
Base d'étalonnage, Saint-Salvy  
(XRF valeurs vraies : étalonnage en T/Δ ; transfab : étalonnage T = f(Δ).)



4- ECHANTILLONS DE CONTROLE  
(analyses réalisées à la mine le 12/11/84)

A. Tout-venant

Ref.	T/D	XRF classique <sup>a</sup>	XRF transfab	Chimie
EST 56	12032/7223	11.5	11.9	13.6
EST 62	10733/6326	10.4	10.2	11.7
W 55	6686/2882	2.5	3.6	4.6
E 53/56 <sup>aa</sup>	13100/8023	13.7	13.5	15.9
W 35 <sup>aaa</sup>	9106/4403	3.9	8.3	8.5

B. Concentrés

Ref.	T/D	XRF classique <sup>a</sup>	XRF transfab	Chimie
P1-25/5	25842/17328	49.1	51.3	53.3
P2-25/5 <sup>aa</sup>	24460/16102	35.2	46.1	48.8
P1-30/5	27023/18347	58.6	56.1	55.9

- <sup>a</sup> XRF "classique" : méthode de la courbe simple T/D = f(teneur Zn)  
<sup>aa</sup> échantillon plus riche en Pb que les étalons utilisés  
<sup>aaa</sup> échantillon riche en Fe

Figure 15  
Résultats obtenus sur poudres  
L'élément supplémentaire pris en compte est le fer.

ANNEXE 3

CAMPAGNE DE SONDAGES PERCUTANTS

PROSPECT DE NORD-ALES

RESULTATS DES ANALYSES XRF



Les tableaux des pages suivantes donnent les résultats des analyses réalisées en XRF sur les 420 échantillons issus des sondages percutants décrits au chapitre 2, I.

Pour chaque tableau :

- La colonne "Réf." donne le numéro de la passe analysée (en général 1 m 50). Les passes non récupérées ont été omises.
- La colonne "T" donne la valeur du comptage en transmission (Cu).
- La colonne "D" donne la valeur du comptage T - A (Cu - Ni).
- La colonne "XRF" donne la teneur de la passe calculée d'après un étalonnage  $T/\Delta = f$  (teneur) réalisé sur onze échantillons synthétiques de teneurs échelonnées entre 0.15 et 49% Zn plus 14 échantillons naturels de teneur comprise entre 0 et 2.1% Zn.
- La colonne "Chimie" donne les teneurs communiquées par le BRGM - TOULOUSE. Dans le cas où l'analyse n'a pas été effectuée, la valeur 0 apparaît dans le tableau.
- Le commentaire dactylographié ajouté à droite n'apparaît qu'à titre indicatif lorsqu'il a été possible de le faire correspondre aux variations de comptage (en particulier pour le comptage T). Ce commentaire est extrait du relevé des sondages par les prospecteurs du BRGM.

Le signe "----" symbolise une limite effectivement observée.

Le signe "====" symbolise le pied du chapeau de fer.

DIFFRACTOGRAMMES NORD-ALES				
Echantillon numéro	Classe d' absorption	% de représentation	Composition minéralogique	% Zn
P 205 S3-6	7400-500	14.4	Qz-Dolo-Mica-Goeth	2.04
P 205 S2-6	7400-500	14.4	Qz-Dolo-Mica	1.23
P 20 S4-10	8200-300	4.8	Goeth-Qz-Mica	0.62
P 205 S1-12	10500-600	1.0	Dolo-Qz-Goeth-Smith Beudantite (Pb,As)	4.07

Figure 1  
Diffractogrammes Nord-Alès



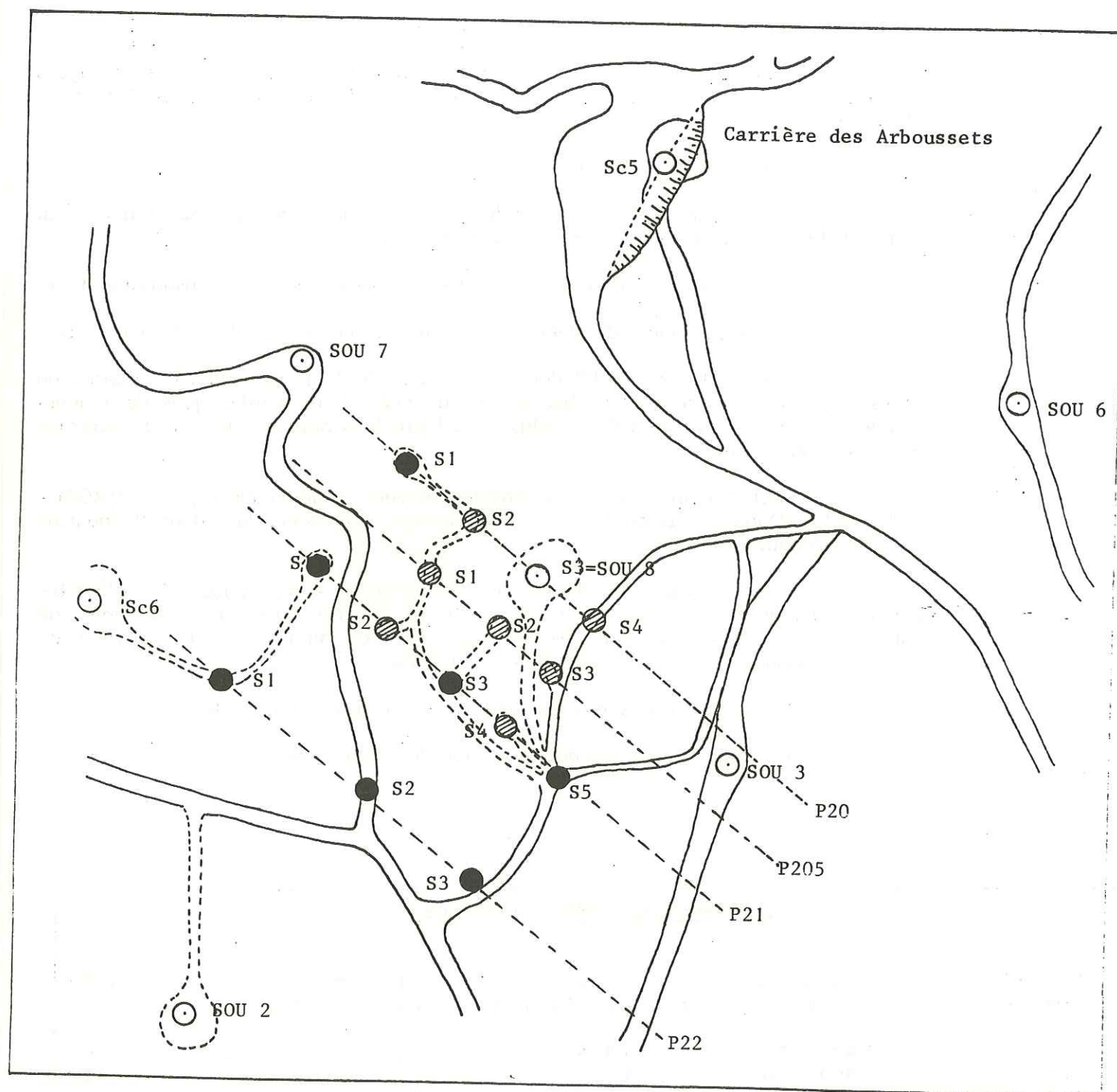


Figure 2  
Relation géométrique entre la grille de sondages percutants  
et la carrière des Arboussets  
Echelle 1/2000 d'après un document B.R.G.M.

***** P20 S1 *****					
*REF*	T	*D	*XRF	*CHIMIE*	
*1	* 7679	* 549	* .95	* 0	*
*2	* 7742	* 607	* 1.07	* 0	*
*3	* 7865	* 648	* 1.14	* 0	*
*4	* 7615	* 471	* .79	* 0	*
*5	* 7211	* 384	* .68	* 0	*
*6	* 7033	* 340	* .64	* 0	*
*7	* 7071	* 362	* .66	* 0	*
*8	* 7390	* 280	* .59	* 0	*
*9	* 7192	* 138	* .36	* 0	*
*10	* 7044	* 198	* .43	* 0	*
*11	* 7299	* 136	* .36	* 0	*
*12	* 7223	* 254	* .57	* 0	*
*13	* 7536	* 471	* .8	* 0	*
*14	* 9403	* 1320	* 2.03	* 0	*
*15	* 8165	* 443	* .69	* 0	*
*16	* 8094	* 581	* .96	* 0	*
*17	* 7828	* 582	* 1	* 0	*
*18	* 7964	* 697	* 1.23	* 0	*
*19	* 7422	* 300	* .6	* 0	*
*20	* 7956	* 350	* .61	* 0	*
*21	* 7838	* 105	* .27	* 0	*
*22	* 7921	* 70	* .13	* 0	*
*23	* 7825	* 44	* 0	* 0	*
*24	* 7828	* 63	* .08	* 0	*
*25	* 7599	* 288	* .59	* 0	*
*26	* 8522	* 1015	* 1.74	* 0	*
*27	* 8270	* 935	* 1.65	* 0	*
*28	* 7791	* 208	* .42	* 0	*
*29	* 7868	* 494	* .81	* 0	*
*30	* 8275	* 1083	* 1.91	* 0	*
*31	* 7760	* 484	* .8	* 0	*
*32	* 7818	* 866	* 1.62	* 0	*
*33	* 8395	* 1514	* 2.45	* 0	*
*34	* 7856	* 108	* .28	* 0	*
*35	* 8275	* 209	* .41	* 0	*
*36	* 7842	* 306	* .59	* 0	*
*37	* 7709	* 180	* .4	* 0	*
*38	* 7533	* 130	* .34	* 0	*
*****					



```

*****
*                                P20 S3                                *
*****
*REF*      T      *      D      *      XRF      *CHIMIE*
*****
*1  * 8898 * 248 * .43 * .29 *
*2  * 8102 * 384 * .63 * .65 *
*3  * 8742 * 390 * .62 * 1.12 *
*4  * 8715 * 358 * .6 * 1.04 *
*5  * 9123 * 364 * .6 * 1.33 *
*6  * 9446 * 409 * .61 * 1.45 *
*7  * 9067 * 485 * .68 * 1.54 *
*8  * 9149 * 616 * .88 * 1.65 *
*9  * 7531 * 410 * .7 * .68 *
*10 * 7632 * 535 * .93 * .78 *
*11 * 9762 * 2583 * 5.95 * 0 *
*12 * 8724 * 1587 * 2.46 * 1.97 *
*13 * 8260 * 686 * 1.15 * 1.26 *
*14 * 10205* 816 * 1.1 * 0 *
*16 * 9801 * 1364 * 2.01 * 0 *
*17 * 8634 * 1086 * 1.84 * 2.09 *
*18 * 8534 * 987 * 1.69 * 1.81 *
*19 * 7797 * 604 * 1.06 * 0 *
*20 * 9261 * 486 * .67 * 0 *
*21 * 7344 * 430 * .75 * 0 *
*22 * 7311 * 350 * .63 * 0 *
*23 * 7179 * 203 * .43 * 0 *
*24 * 8281 * 1113 * 1.95 * 0 *
*25 * 7962 * 643 * 1.11 * 0 *
*26 * 8598 * 1337 * 2.2 * 0 *
*27 * 7845 * 864 * 1.61 * 0 *
*28 * 8439 * 1372 * 2.28 * 0 *
*29 * 8426 * 1160 * 1.99 * 0 *
*30 * 11920* 2941 * 5.27 * 0 *
*31 * 10489* 2841 * 6.14 * 0 *
*32 * 9663 * 1922 * 2.6 * 0 *
*33 * 7996 * 935 * 1.71 * 0 *
*****

```

```

*****
*                               P205 S1                               *
*****
*REF*      T      *      D      *      XRF      *CHIMIE*
*****
*1  * 8489 * 914 * 1.57 * 0 *
*2  * 7870 * 785 * 1.44 * 1.24 *
*3  * 7861 * 335 * .61 * .57 *
*4  * 7811 * 495 * .82 * .8 *
*5  * 7737 * 485 * .81 * .69 *
*6  * 3009 * 540 * .88 * 1.11 *
*7  * 8585 * 703 * 1.13 * 1.1 *
*8  * 7636 * 217 * .43 * .38 *
*9  * 7218 * 304 * .6 * .64 *
*10 * 7514 * 285 * .59 * .56 *
*11 * 8564 * 638 * 1 * 1.09 *
*12 * 11869 * 1297 * 1.6 * 4.07 *
*13 * 9457 * 1814 * 2.54 * 2.81 *
*****

```

Hettangien  
très  
altéré



```

*****
*                P205 S2                *
*****
*REF*  T  *  D  *  XRF  *CHIMIE*
*****
*1 * 9555 * 490 * .66 * 1.17 *
*2 * 8971 * 472 * .68 * 1.1 *
*3 * 10184 * 818 * 1.11 * 2.59 *
*4 * 9852 * 978 * 1.43 * 2.65 *
*5 * 9913 * 856 * 1.21 * 0 *
*6 * 10374 * 840 * 1.12 * 2.77 *
*7 * 10915 * 1062 * 1.4 * 0 *
*8 * 11027 * 1442 * 1.91 * 0 *
*9 * 13370 * 4196 * 7.36 * 0 *
*10 * 13370 * 4196 * 7.36 * 0 *
*11 * 12365 * 3840 * 7.27 * 0 *
*12 * 12802 * 3641 * 6.57 * 0 *
*13 * 10321 * 2630 * 5.59 * 0 *
*14 * 8551 * 1100 * 1.88 * 0 *
*15 * 8920 * 1501 * 2.33 * 0 *
*16 * 12022 * 3690 * 7.19 * 0 *
*****

```

```

*****
*                P205 S3                *
*****
*REF*  T  *  D  *  XRF  *CHIMIE*
*****
*1 * 8358 * 302 * .58 * 0 *
*2 * 8335 * 315 * .59 * 0 *
*3 * 8250 * 351 * .61 * 0 *
*4 * 8462 * 663 * 1.07 * 0 *
*5 * 8626 * 968 * 1.64 * 0 *
*6 * 8511 * 1056 * 1.82 * 0 *
*7 * 8311 * 1083 * 1.9 * 0 *
*8 * 7957 * 816 * 1.49 * 0 *
*9 * 7685 * 732 * 1.37 * 0 *
*10 * 7856 * 633 * 1.11 * 0 *
*11 * 7877 * 671 * 1.19 * 0 *
*12 * 7917 * 714 * 1.28 * 0 *
*13 * 8735 * 1330 * 2.17 * 0 *
*14 * 8579 * 1169 * 1.98 * 0 *
*15 * 8578 * 949 * 1.62 * 0 *
*16 * 8676 * 1068 * 1.8 * 0 *
*17 * 8084 * 662 * 1.13 * 0 *
*18 * 8011 * 560 * .92 * 0 *
*****

```

```

*****
*                P205 S3b               *
*****
*REF*  T  *  D  *  XRF  *CHIMIE*
*****
*1 * 8432 * 281 * .55 * .6 *
*2 * 8418 * 276 * .54 * .6 *
*3 * 8284 * 290 * .57 * .65 *
*4 * 8235 * 445 * .69 * .93 *
*5 * 7767 * 379 * .64 * 0 *
*6 * 8389 * 802 * 1.37 * 0 *
*7 * 8023 * 544 * .89 * 1.13 *
*8 * 7877 * 686 * 1.23 * 1.47 *
*9 * 7720 * 483 * .8 * .7 *
*10 * 7625 * 284 * .59 * .52 *
*11 * 7757 * 622 * 1.1 * 1.16 *
*12 * 8414 * 957 * 1.66 * 1.69 *
*13 * 9958 * 1350 * 1.97 * 0 *
*14 * 10068 * 1371 * 1.98 * 0 *
*15 * 8012 * 720 * 1.27 * 1.14 *
*16 * 7867 * 523 * .87 * .96 *
*17 * 7764 * 315 * .6 * 0 *
*18 * 7939 * 249 * .51 * 0 *
*****

```

Commentaire

Passage progressif  
d'un  
matériel altéré à  
un  
matériel sain

couleur ocre

Dolomies saines  
grises à brunâtres

```

*****
*                P21 S1                 *
*****
*REF*  T  *  D  *  XRF  *CHIMIE*
*****
*1 * 7390 * 115 * .32 * 0 *
*2 * 7249 * 231 * .52 * 0 *
*3 * 7125 * 126 * .35 * 0 *
*4 * 7423 * 254 * .56 * 0 *
*5 * 7422 * 129 * .34 * 0 *
*6 * 7583 * 266 * .57 * 0 *
*7 * 8504 * 614 * .96 * 0 *
*8 * 8647 * 845 * 1.41 * 0 *
*9 * 8184 * 728 * 1.26 * 0 *
*10 * 7544 * 338 * .62 * 0 *
*11 * 7681 * 223 * .43 * 0 *
*12 * 7496 * 50 * 0 * 0 *
*13 * 7832 * -1 * 0 * 0 *
*14 * 7780 * 41 * 0 * 0 *
*15 * 7890 * 211 * .42 * 0 *
*16 * 7703 * 249 * .53 * 0 *
*17 * 8756 * 1313 * 2.14 * 0 *
*18 * 8209 * 958 * 1.71 * 0 *
*19 * 7723 * 537 * .92 * 0 *
*20 * 8377 * 1212 * 2.08 * 0 *
*21 * 8074 * 925 * 1.68 * 0 *
*22 * 8843 * 1601 * 2.45 * 0 *
*23 * 8470 * 1026 * 1.77 * 0 *
*24 * 7831 * 529 * .88 * 0 *
*25 * 7480 * 248 * .55 * 0 *
*26 * 7458 * 627 * 1.17 * 0 *
*27 * 7925 * 696 * 1.24 * 0 *
*28 * 7896 * 785 * 1.44 * 0 *
*29 * 7776 * 796 * 1.49 * 0 *
*30 * 7475 * 500 * .87 * 0 *
*31 * 7383 * 210 * .43 * 0 *
*****

```



```
*****
*           P21 S2           *
*****
*REF*  T  *  D  *  XRF  *CHIMIE*
*****
*1 * 8535 * 702 * 1.14 * 1.68 *
*2 * 7895 * 640 * 1.12 * 1.15 *
*3 * 8041 * 525 * .85  * .85  *
*4 * 7713 * 164 * .38  * .38  *
*5 * 8107 * 726 * 1.27 * 1.03 *
*6 * 8685 * 1317 * 2.16 * 1.9  *
*7 * 7818 * 153 * .37  * .23  *
*8 * 7766 * 462 * .76  * .73  *
*9 * 7923 * 87  * .21  * .29  *
*10 * 8254 * 541 * .85  * 1.62 *
*11 * 8171 * 705 * 1.21 * 1.27 *
*****
```

```
*****
*           P21 S3           *
*****
*REF*  T  *  D  *  XRF  *CHIMIE*
*****
*1 * 7942 * 456 * .73  * .74  *
*2 * 7666 * 237 * .44  * .39  *
*3 * 7817 * 208 * .42  * .41  *
*4 * 7755 * 388 * .65  * .62  *
*5 * 7890 * 466 * .75  * .64  *
*6 * 8036 * 426 * .68  * .6  *
*7 * 8351 * 1010 * 1.77 * 1.35 *
*8 * 10086 * 2313 * 4.53 * 3.82 *
*9 * 8900 * 1420 * 2.25 * 1.77 *
*10 * 12786 * 4949 * 11.32 * 0  *
*11 * 15937 * 6088 * 11.23 * 11.24 *
*12 * 7997 * 628 * 1.07 * .88  *
*13 * 7916 * 517 * .85  * .83  *
*14 * 7738 * 348 * .62  * .55  *
*15 * 7753 * 499 * .83  * 0  *
*16 * 7777 * 561 * .96  * 0  *
*17 * 7729 * 211 * .42  * 0  *
*18 * 7738 * 195 * .41  * 0  *
*19 * 7741 * 38  * 0  * 0  *
*20 * 8005 * 355 * .61  * 0  *
*21 * 7504 * 508 * .89  * 0  *
*22 * 7930 * 473 * .76  * 0  *
*23 * 7646 * 157 * .38  * 0  *
*24 * 7607 * 155 * .37  * 0  *
*25 * 8173 * 534 * .85  * 0  *
*26 * 10085 * 2105 * 3.5  * 0  *
*27 * 8553 * 1204 * 2.03 * 0  *
*28 * 10875 * 2715 * 5.39 * 0  *
*29 * 10641 * 1448 * 1.98 * 0  *
*30 * 10923 * 1113 * 1.48 * 0  *
*31 * 12931 * 2953 * 4.51 * 0  *
*32 * 16643 * 6758 * 9.09 * 0  *
*35 * 7888 * 401 * .66  * 0  *
*36 * 7636 * 173 * .39  * 0  *
*37 * 7861 * 378 * .64  * 0  *
*38 * 7878 * 501 * .82  * 0  *
*39 * 7848 * 475 * .77  * 0  *
*40 * 8334 * 1020 * 1.79 * 0  *
*41 * 8372 * 1151 * 1.99 * 0  *
*****
```

Commentaire

Altération peu développée

très mouillé; pertes

Altération peu développée

=== Perte totale=====

Dolomies saines

```
*****
*           P21 S4           *
*****
*REF*  T  *  D  *  XRF  *CHIMIE*
*****
*1 * 8582 * 196 * .39  * 0  *
*2 * 8541 * 302 * .57  * .95  *
*3 * 10038 * 387 * .59  * 1.84 *
*4 * 9939 * 297 * .43  * 1.72 *
*5 * 10437 * 1387 * 1.93 * 0  *
*6 * 8849 * 1007 * 1.67 * 0  *
*7 * 8227 * 844 * 1.49 * 1.4  *
*8 * 8700 * 1298 * 2.13 * 2.07 *
*9 * 8705 * 1274 * 2.1  * 2.28 *
*10 * 8424 * 1127 * 1.94 * 2.16 *
*11 * 8750 * 781 * 1.26 * 0  *
*12 * 10492 * 670 * .83  * 0  *
*13 * 8666 * 692 * 1.1  * 0  *
*14 * 7748 * 423 * .7  * 0  *
*15 * 7732 * 302 * .59  * .56  *
*16 * 7846 * 323 * .6  * .52  *
*****
```







```

*****
*                P22 S2                *
*****
*REF*  T  *  D  *  XRF  *CHIMIE*
*****
*1  * 8729 * 927 * 1.55 * 0  *
*2  * 8918 * 814 * 1.3  * 0  *
*3  * 7607 * 357 * .63  * 0  *
*4  * 8114 * 776 * 1.37 * 0  *
*5  * 8470 * 1088 * 1.87 * 0  *
*6  * 10148 * 1283 * 1.85 * 0  *
*7  * 8792 * 1166 * 1.93 * 0  *
*8  * 7982 * 743 * 1.33 * 0  *
*9  * 8861 * 907 * 1.49 * 0  *
*10 * 7916 * 693 * 1.23 * 0  *
*11 * 7969 * 682 * 1.2  * 0  *
*12 * 7646 * 293 * .59  * 0  *
*13 * 8042 * 525 * .85  * 0  *
*14 * 7566 * 276 * .58  * 0  *
*15 * 7537 * 415 * .7   * 0  *
*16 * 7496 * 382 * .66  * 0  *
*17 * 8288 * 604 * .97  * 0  *
*18 * 8859 * 538 * .78  * 0  *
*19 * 8746 * 905 * 1.5  * 0  *
*20 * 7932 * 437 * .7   * 0  *
*21 * 7609 * 470 * .79  * 0  *
*22 * 9369 * 1311 * 2.02 * 0  *
*23 * 9241 * 703 * 1.03 * 0  *
*24 * 9537 * 1063 * 1.63 * 0  *
*25 * 14943 * 5018 * 7.87 * 0  *
*26 * 13942 * 4509 * 7.58 * 0  *
*27 * 10804 * 3434 * 7.46 * 0  *
*28 * 8832 * 1526 * 2.38 * 0  *
*29 * 8530 * 1156 * 1.97 * 0  *
*30 * 7949 * 458 * .73  * 0  *
*31 * 7824 * 574 * .98  * 0  *
*32 * 7586 * 248 * .54  * 0  *
*33 * 7649 * 303 * .6   * 0  *
*34 * 7472 * 350 * .63  * 0  *
*****

```

Commentaire

Degré d'altération  
variable

Altération plus intense

==== Pied du Chapeau de Fer====

Dolomies noires, très saines

```

*****
*                P22 S3                *
*****
*REF*  T  *  D  *  XRF  *CHIMIE*
*****
*1  * 8272 * 283 * .56  * 0  *
*2  * 8071 * 381 * .63  * 0  *
*3  * 8569 * 408 * .63  * 0  *
*4  * 8886 * 545 * .79  * 0  *
*5  * 9281 * 956 * 1.5  * 0  *
*6  * 8725 * 601 * .91  * 0  *
*7  * 7462 * 551 * .99  * 0  *
*8  * 7590 * 450 * .76  * 0  *
*9  * 7726 * 259 * .55  * 0  *
*10 * 6780 * 264 * .59  * 0  *
*11 * 6860 * 137 * .37  * 0  *
*12 * 7532 * 290 * .59  * 0  *
*13 * 7884 * 549 * .92  * 0  *
*14 * 7756 * 452 * .74  * 0  *
*15 * 7253 * 321 * .61  * 0  *
*16 * 7640 * 549 * .96  * 0  *
*17 * 7256 * 527 * .97  * 0  *
*18 * 9357 * 849 * 1.29 * 0  *
*19 * 10019 * 849 * 1.18 * 0  *
*20 * 9949 * 705 * .94  * 0  *
*21 * 10637 * 590 * .71  * 0  *
*22 * 10261 * 502 * .64  * 0  *
*23 * 10325 * 416 * .6   * 0  *
*24 * 10033 * 339 * .56  * 0  *
*25 * 10490 * 1437 * 1.99 * 0  *
*26 * 9451 * 886 * 1.34 * 0  *
*27 * 10120 * 793 * 1.07 * 0  *
*28 * 11028 * 1173 * 1.55 * 0  *
*29 * 13040 * 3907 * 7   * 0  *
*30 * 7787 * 851 * 1.6  * 0  *
*31 * 7766 * 596 * 1.04 * 0  *
*32 * 8013 * 808 * 1.46 * 0  *
*33 * 7881 * 507 * .83  * 0  *
*34 * 7603 * 392 * .67  * 0  *
*35 * 8026 * 978 * 1.78 * 0  *
*36 * 7506 * 236 * .51  * 0  *
*****

```

Commentaire

Altération intense

Faciès mieux préservé

Zone très oxydée

- - passage silicifié - -

==== Pied du Chapeau de fer====



**ANNEXE 4**

**ANALYSES XRF DE BOUES DE FORATION**

**(MINE DES MALINES)**



Cette annexe présente les différents tests réalisés à la mine des Malines entre juillet 1983 et Mars 1984 sur les spectromètres NE 5017, SYRANO et ASOMA.

## 1 - RESULTATS 1983

Appareils en présence :

- NE 5017 étalonné à ESPERANCE sur 30 échantillons.
- SYRANO étalonné sur boues par le BRGM ; sans système de régulation (composant Peltier).
- ASOMA modèle standard (étalonnage pour Pb-Zn non spécifique des Malines).

### 1.1 - Utilisation en laboratoire

Conditions opératoires :

- échantillons de boues homométriques (# 80  $\mu\text{m}$ ) d'ESPERANCE ;
- alimentation des appareils par le secteur ;
- local sec et chauffé.

Les résultats figurés par le tableau 1 appellent les commentaires suivants :

- l'appareil Nuclear Entreprise muni d'un étalonnage adéquat donnait des analyses satisfaisantes de la teneur en zinc seule. La moyenne des erreurs relatives commises est + 2.6% ;

- l'appareil SYRANO tendait à cette époque à surestimer les teneurs en Pb, ce qui entraînait corrélativement une sous-estimation des teneurs en Zn. La moyenne des erreurs relatives est - 2.7% ;

- l'appareil standard ASOMA donnait des résultats eux aussi satisfaisants, avec une tendance à la sous-estimation de Pb, donc à la surestimation de Zn. La moyenne des erreurs relatives est + 3.8%.

### 1.2 - Utilisation dans les chantiers

Conditions opératoires :

- boues hétérométriques ;
- alimentation sur batteries ;



- conditions de chantier (fortes variations de température, humidité ambiante) ;

- quartiers divers de la mine.

Les résultats du tableau 1 mettent en évidence que :

- l'appareil NE 5017 ne peut être utilisé que dans un quartier pour lequel un étalonnage a été réalisé. A MONTDARDIER, on constate que l'emploi de l'étalonnage ESPERANCE conduit à une sous-estimation systématique des teneurs en Zn, ce qui s'explique par la présence d'une matrice plus absorbante (barytine en proportion supérieure dans ces échantillons).

- L'appareil SYRANO, étalonné sur boues et réalisant une analyse multiélémentaire, donne des résultats très satisfaisants.

- l'appareil ASOMA standard, étalonné sur poudres, s'accommode très mal des conditions non reproductibles rencontrées sur chantier (granulométrie variable, humidité et compaction des échantillons). Les trois derniers échantillons (D62-3 à 5), compactés et "essorés" de manière comparable, donnent des résultats un peu plus proches de la valeur chimique.

## 2 - RESULTATS 1984

### 2.1 - Appareils en présence

- SYRANO réétalonné et muni d'une régulation thermique (composant Peltier).

- ASOMA étalonné spécifiquement pour les Malines.

### 2.2 - Protocole de comparaison

124 échantillons provenant des trois quartiers de la mine analysés à l'aide des deux spectromètres :

- à l'état de boues hétérométriques ;

- à l'état de poudres homométriques.

Les résultats sont fournis par le tableau 2.

Les moyennes et écart-types des erreurs absolues et relatives sont calculées pour les couples :

- ASOMA sur poudres - SYRANO sur poudres (désigné par ASOMA-POUDRES) ;

- ASOMA sur poudres - SYRANO sur boues (désigné par ASOMA-BOUES) ;

- CHIMIE - SYRANO sur poudres (désigné par CHIMIE-POUDRES) ;

- CHIMIE - SYRANO sur boues (désigné par CHIMIE-BOUES) ;

L'ensemble de ces résultats montre que l'appareil SYRANO réalise des analyses relativement satisfaisantes sur boues (avec une sous-estimation globale de 5.1% relatifs pour le zinc).

L'appareil ASOMA réalise sur poudres des analyses remarquablement proches des analyses chimiques (erreur relative inférieure à 0.5%). Cet appareil est en service en routine à la mine des Malines.



DOSAGES SUR BOUES EN GODETS-ESPERANCE-JUILLET 1983

Repère	Chimie Pb/Zn(%)	XRF NE 1507 Zn seul(%)	SYRANO ENERTEC Pb/Zn(%)	ASOMA mod.std. Pb/Zn(%)
D 62-5 1C	0.45/11.97	12.00	1.72/11.63	0.36/11.58
D 62-5 2C	0.42/ 7.50	7.60	1.17/ 7.17	0.41/ 7.04
D 62-5 3C	0.21/ 7.88	8.40	0.96/ 7.25	0.05/ 7.49
D 62-5 4C	0.33/ 4.88	5.90	0.90/ 5.06	0.15/ 4.73
D 62-5 5C	0.18/ 2.34	2.40	0.49/ 2.72	0.15/ 2.24
D 62-5 7C	0.61/ 6.54	6.40	1.29/ 5.84	0.41/ 6.25
D 62-5 8C	0.39/ 5.78	6.60	0.89/ 5.78	0.30/ 5.82
D 62-5 9C	0.30/ 4.36	5.50	0.83/ 4.79	0.11/ 4.73
D 62-5 10C	0.80/ 6.69	6.50	1.51/ 6.33	0.59/ 6.52
D 62-5 11C	0.72/ 5.69	6.50	1.35/ 5.82	0.46/ 6.20
D 62-5 12C	0.65/ 7.19	7.70	1.32/ 6.90	0.42/ 6.98
R4.S-1 12B	1.18/ 7.16	5.60	1.50/ 5.36	- / -
R4.S-1 8B	1.53/ 6.62	6.10	2.12/ 5.90	0.83/ 7.44
R4.S-1 5A	<0.10/ 0.71	0.80	0.22/ 0.97	0.01/ 0.79
R4.S-1 1A	0.10/ <0.20	0.30	0.07/ 0.30	0.09/ 0.29
R4.S-1 10A	0.14/ 1.03	1.00	0.30/ 1.27	0.06/ 1.13
D 62-4 1B	1.01/ 6.78	6.40	1.18/ 5.54	0.44/ 7.27
D 62-4 2B	0.34/ 7.73	7.70	1.13/ 7.19	0.37/ 7.58
D 62-4 3A	0.43/ 6.98	7.30	1.08/ 6.95	0.23/ 7.08
D 62-4 4A	2.04/ 7.27	5.60	2.06/ 5.88	1.35/ 8.73
D 62-4 6A	0.50/ 8.78	8.10	1.20/ 7.89	0.31/ 8.97
D 62-4 7A	0.38/ 8.75	7.40	0.69/ 6.38	0.12/ 8.93
D 62-4 8B	1.13/ 5.34	4.40	1.40/ 4.59	0.62/ 5.99
D 62-4 9B	0.40/ 3.44	3.30	0.83/ 3.52	0.24/ 3.59
D 62-4 10B	<0.10/ 2.51	2.70	0.28/ 2.62	0.04/ 2.83
D 62-4 12B	0.15/ 2.44	2.50	0.22/ 1.94	0.01/ 2.60

UTILISATION DANS LES CHANTIERS

1- MONTDARDIER P20 R.246

	Chimie	XRF NE 1507	SYRANO ENERTEC
Rangée 1	3.78/15.33	11.05	5.35/15.45
Rangée 2	4.09/17.30	12.15	5.68/17.92

2- ESPERANCE A23 et D62

	Chimie	ASOMA mod.std.
A 23-1	<0.10/ <0.20	0.02/ 0.16
A 23-2	0.54/ 5.18	0.40/ 3.39
D 62-1	0.52/ 3.58	0.27/ 2.27
D 62-2	0.28/ 2.35	0.29/ 1.60
D 62-3	0.66/ 3.68	0.28/ 3.66
D 62-4	0.64/ 4.95	0.40/ 3.24
D 62-5	1.30/ 5.88	1.03/ 6.00

Tableau 1

NUMERO	SYRANO %Pb	BOUES %Zn	ASOMA %Pb	POUDRE %Zn	SYRANO %Pb	POUDRE %Zn	ETALON. ETALON.	DELTA %Pb	DELTA %Zn	DELTA %Pb	DELTA %Zn
1	0.05	0.13	0.09	0.08	0.08	0.20	OK	0.01	-0.12	11.1%	-150.0%
2	0.03	0.14	0.02	0.06	0.06	0.17	OK	-0.04	-0.11	-200.0%	-183.3%
3	0.24	1.23	0.47	2.79	0.76	2.91	OK	-0.29	-0.12	-61.7%	-4.3%
4	0.08	0.44	0.05	0.15	0.07	0.22	OK	-0.02	-0.07	-40.0%	-46.7%
5	0.04	0.39	0.02	0.38	0.04	0.50	OK	-0.02	-0.12	-100.0%	-31.6%
6	0.09	0.20	0.01	0.11	0.08	0.11	OK	-0.07	0.00	-700.0%	0.0%
7	0.39	0.24	0.42	0.42	0.45	0.49	OK	-0.03	-0.07	-7.1%	-16.7%
8	0.15	0.41	0.26	0.34	0.30	0.42	OK	-0.04	-0.08	-15.4%	-23.5%
9	0.42	1.13	0.44	1.09	0.60	1.17	OK	-0.16	-0.08	-36.4%	-7.3%
10	0.38	1.51	0.66	1.59	0.66	1.61	OK	0.00	-0.02	0.0%	-1.3%
11	0.61	1.81	0.79	1.82	0.89	2.00	OK	-0.09	-0.18	-11.4%	-9.9%
12	0.55	3.25	0.46	3.68	0.66	3.75	OK	-0.20	-0.07	-43.5%	-1.9%
13	0.31	2.24	0.32	2.97	0.49	2.95	OK	-0.17	0.02	-53.1%	0.7%
14	0.26	1.52	0.34	1.86	0.56	2.16	OK	-0.22	-0.32	-64.7%	-17.2%
15	0.93	3.74	1.41	5.36	1.57	5.05	NO	-0.16	0.31	-11.3%	5.8%
16	0.03	3.01	0.12	1.53	0.10	1.56	NO	0.02	-0.03	16.7%	-2.0%
17	0.15	1.40	0.16	1.33	0.10	1.50	NO	0.06	-0.17	37.5%	-12.8%
18	0.04	2.83	0.12	6.50	0.19	6.23	NO	-0.07	0.27	-58.3%	4.2%
19	0.22	2.36	0.24	5.65	0.26	5.24	NO	-0.02	0.41	-8.3%	7.3%
20	0.04	1.27	0.10	0.44	0.09	0.53	NO	0.01	-0.09	10.0%	-29.5%
21	0.09	2.09	0.98	3.51	0.22	3.41	NO	0.76	0.10	77.6%	2.8%
22	2.32	7.61	2.56	9.65	2.96	8.47	OK	-0.42	1.18	-16.4%	12.2%
23	1.63	9.10	1.86	8.30	1.62	7.52	OK	0.24	0.78	12.9%	9.4%
24	0.91	6.54	1.22	8.28	1.29	8.09	OK	-0.06	0.19	-4.9%	2.3%
25	0.26	4.28	0.13	2.05	0.18	2.20	OK	-0.05	-0.15	-38.5%	-7.3%
26	0.31	2.26	0.34	1.57	0.32	1.69	OK	0.02	-0.12	5.9%	-7.6%
27	0.16	0.50	0.10	0.29	0.10	0.40	OK	0.00	-0.11	0.0%	-37.9%
28	0.05	1.41	0.05	1.50	0.06	1.70	OK	-0.01	-0.20	-20.0%	-13.3%
29	0.06	4.16	0.05	4.70	0.02	4.81	OK	0.03	-0.11	60.0%	-2.3%
30	0.46	1.15	1.06	1.28	1.09	1.57	OK	-0.03	-0.29	-2.8%	-22.7%
31	0.15	1.82	0.24	1.31	0.13	1.69	OK	0.11	-0.37	45.8%	-28.0%
32	0.09	2.20	0.03	1.63	0.20	2.35	OK	-0.17	-0.52	-56.7%	-28.4%
33	0.33	3.42	0.16	2.92	0.55	3.44	OK	-0.39	-0.52	-243.8%	-17.8%
34	0.12	0.37	0.10	1.25	0.27	1.56	OK	-0.17	-0.31	-170.0%	-24.8%
35	0.30	13.70	0.16	11.25	0.50	11.45	OK	-0.34	-0.20	-212.5%	-1.8%
36	0.36	0.53	0.18	0.35	0.38	0.71	OK	-0.20	-0.36	-111.1%	-102.9%
37	0.30	15.86	0.30	15.37	0.67	17.63	OK	-0.37	-2.26	-123.3%	-14.7%
38	0.10	0.29	0.01	0.28	0.15	0.52	OK	-0.14	-0.24	-1400.0%	-85.7%
39	0.11	1.98	0.06	1.05	0.20	1.54	OK	-0.14	-0.49	-233.3%	-46.7%
40	0.25	1.23	0.04	0.99	0.15	1.67	OK	-0.11	-0.68	-275.0%	-69.7%
41	0.29	0.54	0.23	0.47	0.50	0.67	OK	-0.33	-0.24	-143.5%	-55.8%
42	0.15	0.13	0.09	0.11	0.29	0.32	OK	-0.20	-0.21	-222.2%	-190.9%
43	0.16	0.52	0.00	0.17	0.17	0.47	OK	-0.17	-0.26	-147.4%	-14.7%
44	0.26	19.11	0.62	30.91	0.98	36.59	OK	-0.36	-5.68	-58.1%	-18.4%
45	0.29	18.53	0.21	20.44	0.27	22.27	OK	-0.06	-1.82	-28.6%	-9.0%
46	0.34	21.10	0.23	16.75	0.35	20.10	OK	-0.12	-3.35	-52.2%	-20.0%
47	2.91	19.07	2.39	17.38	3.70	20.17	OK	-1.31	-2.87	-54.8%	-16.6%
48	1.32	25.86	0.49	19.77	0.71	22.46	OK	-0.22	-3.69	-44.9%	-19.7%
49	0.54	6.36	0.46	7.62	0.79	9.15	OK	-0.33	-1.53	-71.7%	-20.1%
50	0.03	0.25	0.77	0.04	0.12	1.10	OK	0.65	-1.06	84.4%	-2650.0%
51	1.41	13.53	0.89	14.55	1.50	17.68	OK	-0.61	-3.13	-68.5%	-21.5%
52	2.77	23.77	1.53	18.97	2.51	22.02	OK	-0.98	-3.12	-64.1%	-16.5%
53	1.55	13.41	1.34	19.35	2.44	23.45	OK	-1.10	-3.80	-82.1%	-19.3%
54	3.87	25.36	1.85	21.47	3.01	24.31	OK	-1.16	-2.89	-62.7%	-13.5%
55	2.67	22.83	1.25	18.57	2.17	22.26	OK	-0.92	-3.79	-73.6%	-18.0%

Tableau 2



APPAREIL SYRANO: RESULTATS D' ANALYSES SUR DES ECHANTILLONS MINIERs (Cuttings et ech. seches et broyes)

NUMERO	CYRANO XPb	BOUES ZZn	ASOMA		POUDRE		CYRANO XPb	POUDRE ZZn	ETALON. ETALON.	ASOMA - POUDRES			
			XPba	ZZna	XPba	ZZna				DELTA XPb	ABSOLU ZZn	DELTA XPb	RELATIF ZZn
55	0.45	6.01	0.49	5.33	NA	NA	OK						
57	4.03	33.18	1.12	17.37	NA	NA	OK						
58	1.22	19.76	0.61	11.39	NA	NA	OK						
59	1.01	11.91	0.61	7.63	NA	NA	OK						
60	0.17	6.80	0.22	9.63	NA	NA	OK						
61	0.13	2.42	0.10	4.29	NA	NA	OK						
62	0.07	1.77	0.11	2.50	NA	NA	OK						
63	0.39	14.18	0.42	10.56	NA	NA	OK						
64	2.15	21.84	1.55	21.28	NA	NA	OK						
65	0.47	6.39	0.29	8.40	0.35	8.75	OK		-0.06	-0.35	-20.7%	-4.2%	
66	0.22	10.66	0.10	7.96	0.05	7.94	OK		0.05	0.12	50.0%	1.5%	
67	1.02	8.75	1.14	8.17	1.30	8.34	OK		-0.16	-0.17	-14.0%	-2.1%	
68	0.42	8.62	-0.36	12.89	0.28	13.42	OK		0.08	-0.53	22.2%	-4.1%	
69	1.01	6.31	0.76	3.51	0.83	4.13	OK		-0.07	-0.62	-9.2%	-17.7%	
70	0.12	1.63	0.04	0.81	0.02	0.90	OK		0.02	-0.09	50.0%	-11.1%	
71	0.85	8.16	0.89	13.27	1.04	13.50	OK		-0.15	-0.23	-16.9%	-1.7%	
72	0.28	1.31	0.36	1.08	0.39	1.22	OK		-0.03	-0.14	-8.3%	-13.0%	
73	0.40	1.55	0.32	1.88	0.50	2.01	OK		-0.18	-0.13	-56.3%	-6.9%	
74	2.27	5.45	4.20	11.14	5.31	10.74	OK		-1.11	0.40	-26.4%	3.6%	
75	0.34	3.71	0.45	2.97	0.40	3.25	OK		0.05	-0.28	11.1%	-9.4%	
76	0.22	2.60	0.21	2.34	NA	NA	OK						
77	0.13	2.82	0.09	4.09	NA	NA	OK						
78	0.35	2.93	0.65	5.65	NA	NA	OK						
79	0.19	1.92	0.35	2.16	NA	NA	OK						
80	0.95	3.41	2.50	4.37	NA	NA	OK						
81	0.33	1.14	0.55	1.65	NA	NA	OK						
82	1.80	4.15	1.39	6.18	NA	NA	OK						
83	0.11	2.69	0.06	2.54	NA	NA	OK						
84	0.06	2.52	0.15	2.10	NA	NA	OK						
85	0.10	9.27	0.14	9.65	NA	NA	OK						
86	0.10	0.24	0.10	0.01	0.02	0.31	OK		0.08	-0.30	80.0%	-3000.0%	
87	0.13	0.23	0.07	0.03	0.01	0.18	OK		0.06	-0.15	85.7%	-500.0%	
88	0.12	0.39	0.10	0.00	0.01	0.21	OK		0.09	-0.23	90.0%		
89	0.05	0.21	0.12	0.01	0.01	0.16	OK		0.11	-0.15	91.7%	-1500.0%	
90	0.12	0.17	0.08	0.04	0.02	0.23	OK		0.06	-0.19	75.0%	-475.0%	
91	0.09	0.19	0.08	0.03	0.01	0.17	OK		0.07	-0.14	87.5%	-466.7%	
92	0.11	0.22	0.05	0.04	0.01	0.37	OK		0.04	-0.33	80.0%	-825.0%	
93	0.06	0.23	0.13	0.02	0.01	0.30	OK		0.12	-0.28	92.3%	-1400.0%	
94	1.70	6.71	2.52	8.20	2.68	9.30	OK		-0.16	-1.10	-6.3%	-13.4%	
95	0.31	3.97	0.59	4.30	0.44	4.22	OK		0.15	0.08	25.4%	1.9%	
96	0.41	4.06	1.14	4.60	1.03	4.56	OK		0.11	0.04	9.6%	0.9%	
97	1.18	11.68	1.21	7.16	1.04	7.42	OK		0.17	-0.26	14.0%	-3.6%	
98	2.05	7.67	1.75	7.78	1.77	8.76	OK		-0.02	-0.98	-1.1%	-12.6%	
99	0.76	3.06	1.25	4.22	1.03	4.38	OK		0.22	-0.16	17.6%	-3.8%	
100	2.21	6.23	1.71	5.00	1.69	5.44	OK		0.02	-0.44	1.2%	-8.9%	
101	0.39	2.75	0.82	2.95	0.71	2.91	OK		0.11	0.08	13.4%	2.7%	
102	3.21	12.08	4.68	17.04	3.61	19.01	OK		1.07	-0.97	22.9%	-5.7%	
103	0.91	5.03	0.89	5.06	0.97	4.98	OK		-0.08	0.08	-9.0%	1.6%	
104	0.55	2.79	0.74	3.02	0.68	2.81	AS.=CHIM		0.06	0.22	8.1%	7.3%	
105	0.25	8.62	0.44	6.42	0.27	5.67	AS.=CHIM		0.17	0.75	38.6%	11.7%	
106	0.06	1.39	0.10	1.76	0.02	1.48	AS.=CHIM		0.08	0.23	80.0%	15.9%	
107	0.06	0.86	0.16	0.25	0.02	0.81	AS.=CHIM		0.14	-0.54	87.5%	-217.7%	
108	0.10	0.29	0.10	0.51	0.02	0.74	AS.=CHIM		0.18	0.18	80.0%	24.6%	
109	0.15	0.32	0.19	0.74	0.71	1.76	AS.=CHIM		-0.57	-0.94	104.4%	-129.7%	
110	0.05	0.39	0.10	0.79	0.02	1.47	AS.=CHIM		0.18	0.23	80.0%	40.0%	

Tableau 2 (suite)

APPAREIL SYRANO: RESULTATS D' ANALYSES SUR DES ECHANTILLONS MINIERs (Cuttings et ech. seches et broyes)

NUMERO	CYRANO XPb	BOUES ZZn	ASOMA		POUDRE		CYRANO XPb	POUDRE ZZn	ETALON. ETALON.	ASOMA - POUDRES			
			XPba	ZZna	XPba	ZZna				DELTA XPb	ABSOLU ZZn	DELTA XPb	RELATIF ZZn
111	0.27	1.53	0.54	1.24	0.49	1.83	AS.=CHIM			0.05	-0.59	9.3%	-47.6%
112	0.39	1.36	0.34	1.26	0.40	1.24	AS.=CHIM			-0.06	0.02	-17.6%	1.6%
113	0.14	0.45	0.15	0.66	0.15	0.53	AS.=CHIM			0.00	0.13	0.0%	19.7%
114	0.30	0.89	0.28	0.72	0.21	0.66	AS.=CHIM			0.07	0.06	25.0%	8.3%
115	0.06	0.41	0.10	0.27	0.02	0.15	AS.=CHIM			0.08	0.05	80.0%	25.0%
116	0.19	1.89	0.24	2.22	0.16	2.03	AS.=CHIM			0.08	0.19	33.3%	8.6%
117	0.07	0.26	0.10	0.26	0.67	1.82	AS.=CHIM			-0.57	-1.56	-570.0%	-600.0%
118	0.22	2.12	0.40	3.02	1.58	6.91	AS.=CHIM			-1.18	-3.79	-295.0%	-125.5%
119	0.25	0.93	0.12	0.66	0.05	0.56	AS.=CHIM			0.07	0.10	58.3%	15.2%
120	2.18	9.36	2.24	12.38	2.07	10.20	AS.=CHIM			0.17	2.18	7.6%	17.6%
121	0.04	1.12	0.10	1.52	0.21	4.20	AS.=CHIM			-0.11	-2.68	-110.0%	-176.3%
122	0.76	1.84	1.44	3.22	1.12	2.70	AS.=CHIM			0.32	0.52	22.2%	16.1%
123	0.09	0.22	0.12	0.20	0.01	0.17	AS.=CHIM			0.11	0.03	91.7%	15.0%
124	0.33	3.22	0.36	4.02	0.36	4.41	AS.=CHIM			0.00	-0.39	0.0%	-9.7%

ASOMA - POUDRES					
DELTA	ABSOLU	DELTA	RELATIF		
XPb	ZZn	XPb *	ZZn **		
MOYENNE	-0.09	-0.48	-16.7%	-11.0%	*Pour Pb>.2
ECART-TYPE	0.32	1.06	50.2%	29.6%	**Pour Zn>.3

CHIMIE - POUDRES					
DELTA	ABSOLU	DELTA	RELATIF		
XPb	ZZn	XPb *	ZZn **		
MOYENNE	-0.04	-0.26	-16.8%	-17.2%	*Pour Pb>.2
					**Pour Zn>.3

Tableau 2 (suite)



## APERCU SUR LA GEOSTATISTIQUE : ANALYSE STRUCTURALE ET VARIOGRAMME

Le lecteur non familiarisé avec les buts et le langage de la géostatistique en trouvera dans les pages qui suivent les éléments et définitions essentiels. Le but en est d'explicitier les termes employés dans la troisième partie de ce travail.

Le lecteur averti se reportera aux ouvrages spécialisés sur le sujet, et en particulier JOURNEL [17].

### 1-La géostatistique

Le terme a été créé en 1962 par G. MATHERON pour désigner l'approche statistique des phénomènes naturels considérés comme des variables aléatoires régionalisées (c'est à dire organisées dans l'espace). La définition originale est la suivante :

" la géostatistique est l'application du formalisme des fonctions aléatoires à la reconnaissance et à l'estimation des phénomènes naturels".

Ce choix d'un formalisme statistique s'appuie sur la constatation que, si l'on prétend qu'à petite échelle, les teneurs d'un gisement semblent généralement réparties de manière aléatoire, "rien n'est plus précis que cet aléatoire": il n'est pas le même pour un placer d'or que pour un gisement de type "porphyry copper" (JOURNEL [17]).

Pour ces auteurs, tout phénomène régionalisé peut être considéré comme formé par la superposition d'un phénomène aléatoire (local) et d'un phénomène structuré (général).

On va donc chercher à caractériser la variabilité dans l'espace (quand  $x$  varie) d'une fonction  $z(x)$  (teneur, altitude, température...), afin de résoudre des problèmes tels que l'estimation de la valeur  $z(x_0)$  en un point  $x_0$  non informé ou encore l'estimation de la proportion de valeurs  $z(x_i)$  supérieures à une limite donnée  $z_c$  (teneur de coupure, altitude limite de persistance d'une espèce végétale...) dans un champ déterminé.

Cette caractérisation, appelée "analyse structurale" conduit à l'élaboration d'un modèle opérationnel qui constitue la base des opérations géostatistiques qui s'effectuent lors des reconnaissances et en cours d'exploitation afin de :



- définir l'estimateur local le plus précis et le calcul de son intervalle de confiance.

- différencier ressources in-situ et exploitables.

- définir la densité d'information nécessaire pour accéder à une estimation fiable.

Ce modèle opérationnel, qui intègre dès le départ données chiffrées et connaissance physique du phénomène, se résume à une ou plusieurs courbes, dites variogrammes (ou demi-variogrammes), permettant de caractériser l'évolution de la corrélation entre deux variables en fonction de leur distance.

## 2 - Expression mathématique du variogramme, exemple et signification

La structure de la variabilité spatiale de la variable étudiée est représentée par la fonction dite "demi-variogramme" définie par la relation suivante :

$$\gamma(h) = 1/2 E \{ [Z(x+h) - Z(x)]^2 \}$$

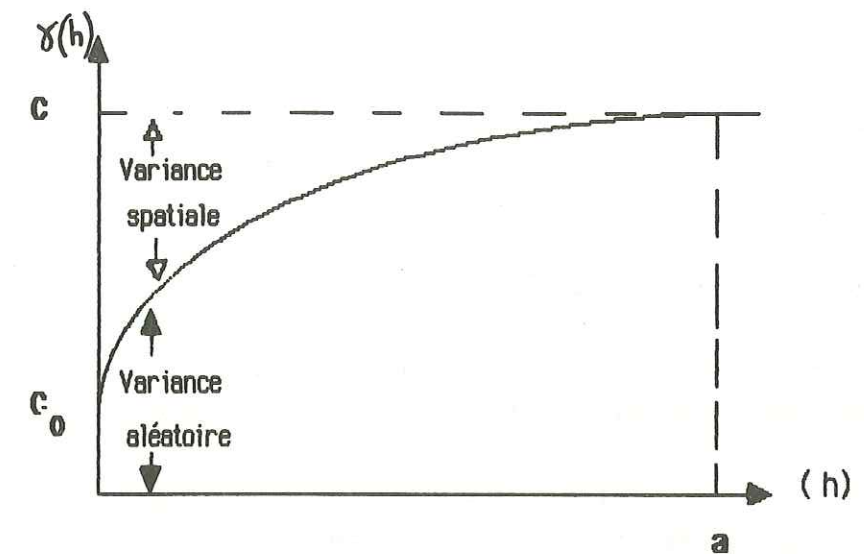
$z(x)$  étant la fonction aléatoire représentant la variable étudiée.

Cette fonction peut être interprétée comme une représentation de l'erreur moyenne commise lorsqu'on attribue la teneur mesurée en un point à un point situé à une distance  $h$  de celui-ci.

La figure 1 illustre schématiquement les relations entre la courbe obtenue et la structure de la minéralisation.

## 3 - Vocabulaire : caractéristiques d'un variogramme

Le variogramme se caractérise par plusieurs paramètres et points remarquables, comme le montre la courbe de la page suivante :



On appelle :

$C$  : palier : valeur asymptotique de la fonction variogramme, quand  $h$  tend vers l'infini. En principe cette valeur correspond à la variance de la population étudiée.

$C_0$  : "effet de pépité" : ordonnée à l'origine, liée soit à la non ponctualité du support et la prise de moyenne sur celui-ci (qui a pour effet de gommer l'organisation à une échelle inférieure), soit aux erreurs opératoires.

Normalement  $C_0 = 0$  si le support est ponctuel.

$a$  : "portée" : distance au delà de laquelle les valeurs ne sont plus corrélées : la connaissance de  $z(h_1)$  ne renseigne pas sur  $z(h_2)$  si  $h_2 - h_1 > a$ . A partir de la distance  $a$ , le variogramme fluctue autour de la valeur du palier. Autrement dit, la portée mesure la zone d'influence d'une information  $z(x)$ .

**structure** : au sens de structuration d'un phénomène. En termes géostatistiques, une "structure" est représentée par un palier et une portée.

**structures gigognes** : lorsque des structures de portées différentes se superposent au sein d'une même minéralisation, elles apparaissent emboîtées sur le variogramme et forment une succession de paliers (voir figure 4).

**anisotropies** : dans le cas de gisements fortement contrôlés par un caractère structural (failles unidirectionnelles, couches...) le variogramme est différent dans toutes les directions de l'espace : on parle alors d'anisotropie et on la représente par une "rose des portées".



On désigne par le terme d' *anisotropie géométrique* une anisotropie que l'on peut éliminer par une simple transformation linéaire. La rose des portées est alors une ellipse.

Si une transformation linéaire ne suffit pas à faire disparaître le phénomène, on parle d' *anisotropie zonale*. La rose des portées n'est alors pas une ellipse.

Un variogramme est dit au contraire *isotrope* si la rose des portées est un cercle (ou une sphère). Dans ce cas la structure est identique dans toutes les directions de l'espace (figure 3)

**effet proportionnel** : lorsqu'on calcule deux variogrammes dans des zones voisines, il arrive que ceux-ci ne soient pas identiques, mais qu'ils se correspondent, à la valeur de leur moyenne et de leur variance près. Si on peut mettre en relation leurs différences avec la valeur de la moyenne locale (en recherchant par exemple une relation du type  $\text{var} = a \cdot m^2 + b$ ), et donc les faire correspondre par un ajustement de cette moyenne, on dit qu'il existe un effet proportionnel. La figure 2 en donne un exemple.

#### 4 - Utilisation du variogramme

Rappelons encore une fois que le variogramme n'est qu'un modèle opérationnel de la régionalisation des données.

Il résulte de la synthèse entre données numériques (teneurs...) et données naturalistes (G.MATHERON insiste sur le fait qu'une montagne n'est pas seulement une collection de cotes altimétriques: c'est aussi une entité géologique, botanique,...). A ce titre, il doit seulement être considéré comme un outil et non comme une fin en soi.

On l'utilise lors de toutes les phases d'un projet minier, comme support de calcul et de simulation.

##### 4.1 - L'estimation globale

Au stade de la première campagne systématique, les estimations sont réalisées par interpolation, moyenne arithmétique, etc...

Le calcul géostatistique de la variance d'estimation liée à chacune de ces méthodes permet de chiffrer leur fiabilité et donc de récuser certaines d'entre elles. On peut par exemple :

- réaliser une échelle de variance permettant le classement des ressources reconnues ;
- prévoir le nombre d'informations supplémentaires et leur répartition pour faire passer un tonnage "possible" dans la catégorie "prouvé".

##### 4.2 - Estimation locale (panneaux)

La maille fine de reconnaissance étant achevée, on peut élaborer le meilleur estimateur possible de chaque panneau. Le procédé géostatistique appelé "krigeage" (de KRIGE) permet de construire l'estimateur  $Z_v^*$  de la teneur moyenne  $Z_v$  au moyen de  $N$  données  $Z_i$ , sous forme d'une combinaison linéaire

$$Z_v^* = \sum \lambda_i Z_i$$

dans laquelle les "pondérateurs"  $\lambda_i$  sont tels que :

- l'estimation est sans biais (erreur nulle en moyenne) ;
- la variance d'estimation est minimale.

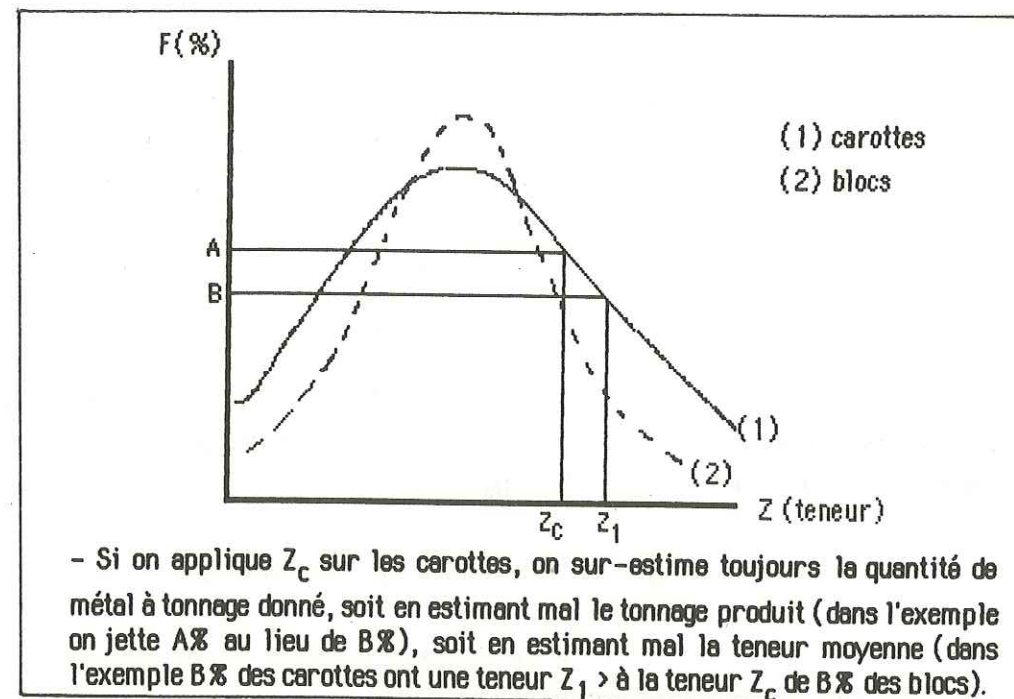
Pour un schéma d'échantillonnage donné, le krigeage fournit donc toujours une variance d'estimation plus faible que les autres méthodes (moyennes, etc...). Par contre la valeur obtenue avec ce schéma n'est pas toujours la plus faible possible: d'autres schémas d'échantillonnage peuvent donner des variances encore plus petites.

##### 4.3 - Sélection et estimation des réserves récupérables (unités sélectionnables = volées)

La récupération des réserves dépend de deux principaux paramètres :

- du support de l'unité de sélection (plus l'unité est petite, plus la dispersion des teneurs est grande, cf. schéma page suivante).





- du niveau d'information disponible (sélection basée sur un estimateur et non sur des teneurs réelles)

Si on pratique la sélection sur l'estimateur et qu'on récupère les teneurs vraies, on ne peut pas éviter :

- de récupérer des blocs qui, bien que de teneur vraie inférieure à la teneur de coupure, ont été estimés de teneur supérieure à celle-ci.

- de rejeter des blocs pour lesquels l'inverse s'est produit.

Dans les deux cas, ceci entraîne une perte économique.

A partir d'un modèle du gisement (comportant teneurs des carottes, boues, volées, rainurages,...), on peut étudier différents estimateurs et évaluer les variations de récupération en fonction des différents supports sur lesquels on pratique la coupure. On peut aussi étudier à ce stade l'apport de méthodes de tir sélectif (tir de demi-volées...).

#### 4.4 - Elaboration du projet minier

Certains des paramètres du projet minier font appel à des notions de variabilité des caractéristiques du minerai :

- nombre de chantiers simultanés et taille, nécessité de mélanger les productions.

- nécessité d'un stock de régulation ou d'homogénéisation.

- souplesse de l'usine de traitement pour absorber les fluctuations du minerai reçu.

On peut là encore simuler l'exploitation et ses diverses phases sur un modèle de gisement, reproduisant fidèlement la variabilité spatiale des divers paramètres (teneur, puissance, accumulation, morphologie, paragenèse...)

#### 4.5 - Conduite de l'exploitation

Comme le dit JOURNEL, "la réactualisation continue des estimateurs est la base d'une bonne conduite d'exploitation". Ainsi, dans un gisement donné et à une période donnée, on doit pouvoir déterminer les sélections à effectuer pour optimiser un paramètre (couple tonnage-teneur par exemple). Là encore, la géostatistique, utilisant les données de l'analyse structurale, permet une étude sur modèle de l'évolution de la sélection.

#### 5 - Application à l'estimation des volées

Comme dans tout problème d'estimation, on a ici besoin d'un variogramme pour déterminer, par krigeage, la teneur de sous-blocs à l'intérieur de la volée (KAVOURINOS [18]).

On travaille donc à une échelle très inférieure à celle de la géostatistique classique, qui traite de gisements ou de panneaux entiers et utilise l'information issue de l'analyse des sondages carottés.

En plus de cette information classique, qui permet d'intégrer lors du calcul des phénomènes extérieurs à la volée à estimer (sous forme par exemple de la teneur de la volée précédente), on doit disposer d'un modèle de variation des teneurs permettant d'utiliser des informations internes à la volée.

La distance séparant les trous de tir échantillonnés étant inférieure ou égale à 1 mètre, on utilise des analyses XRF de surface pour préciser la structure inférieure à cette distance. Comme les sondages fond de la mine des Malines, de petit diamètre, sont totalement consommés par l'analyse, on remplace les mesures sur carottes par des mesures sur les parements de galeries choisies pour leurs caractéristiques géologiques ou leur situation dans le quartier.

Cette méthode permet, entre autres, de respecter la condition de ponctualité du support vis à vis du pas de mesure.



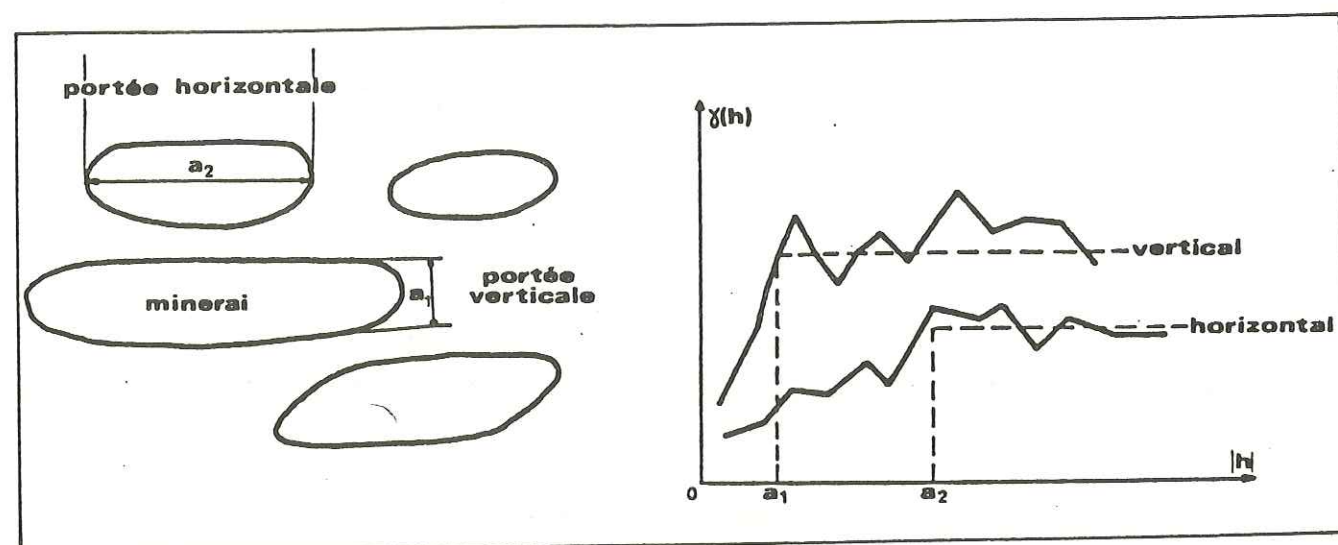


Figure 1  
Liaison variogramme/structure de la minéralisation  
(JOURNEL, [17])

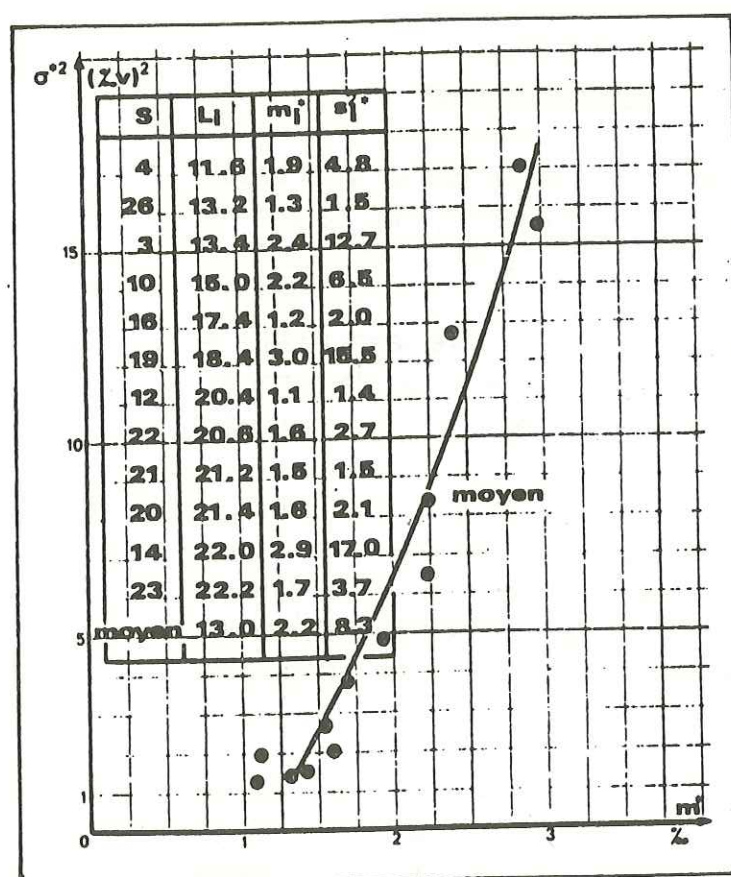


Figure 2  
Effet proportionnel  
ici, effet proportionnel direct : si  $m^*(x_0) > m^*(x'_0)$  alors  $(h, x_0) > (h, x'_0)$   
(S : numéro du sondage ; L<sub>i</sub> : longueur minéralisée)  
(JOURNEL, [17])

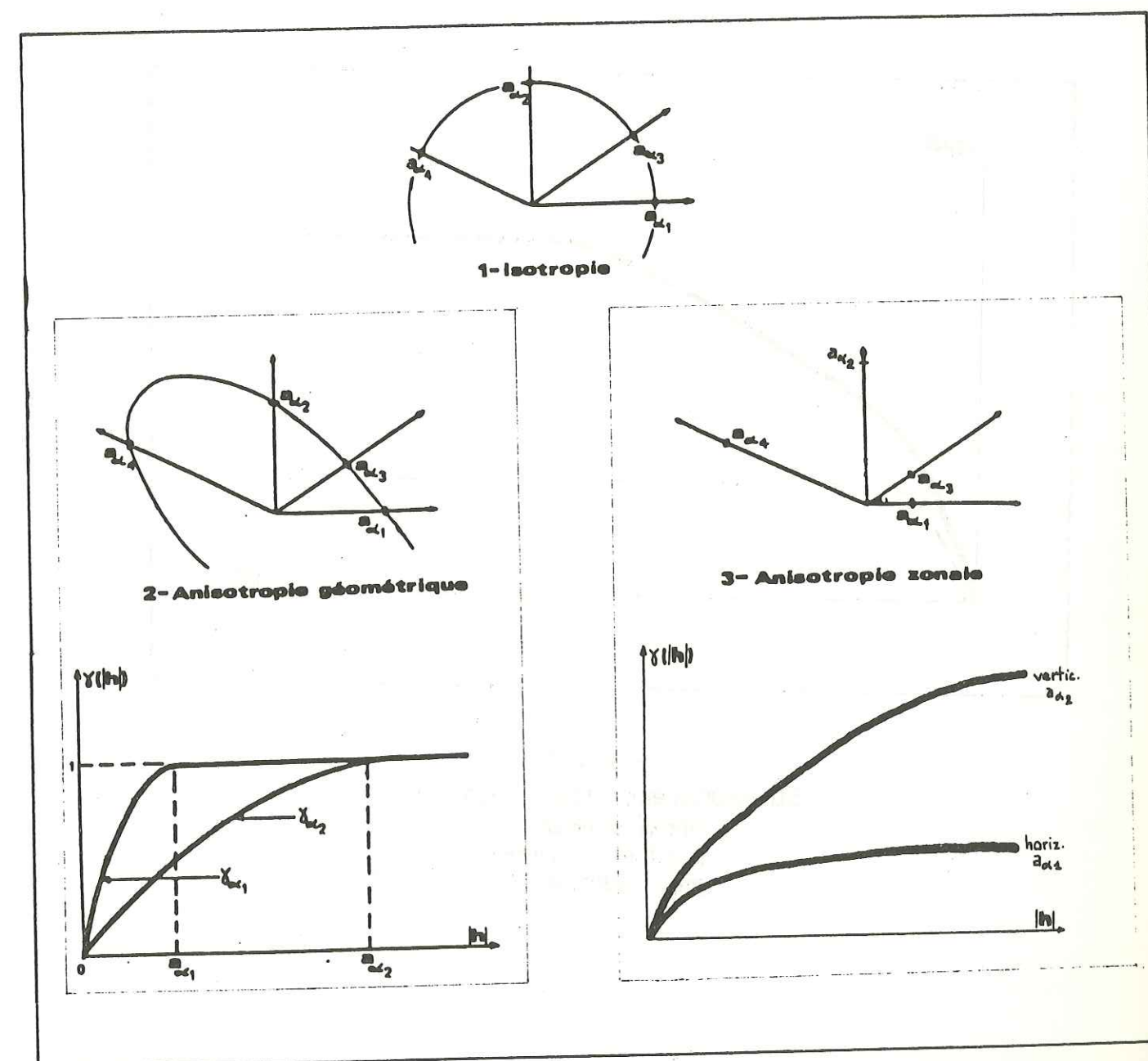
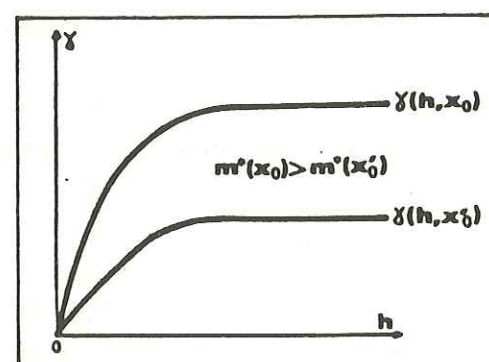


Figure 3  
3 types d'évolution des portées dans l'espace  
(d'après JOURNEL [17])



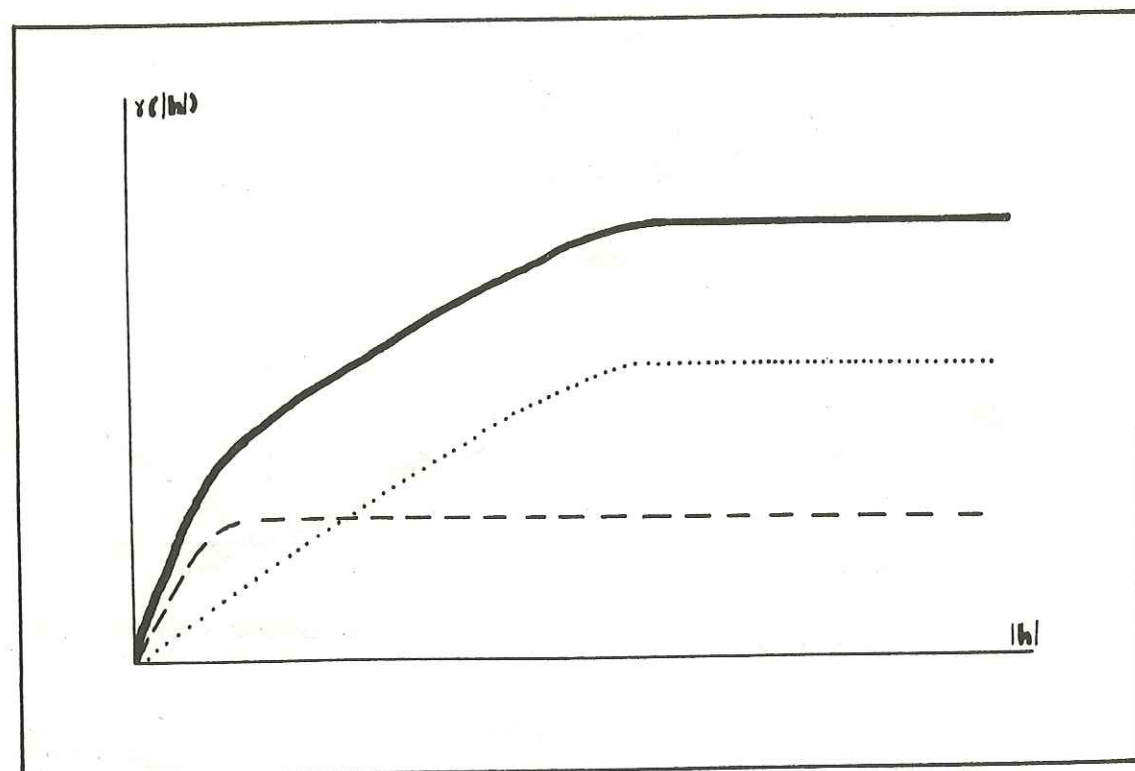


Figure 4  
Structures emboîtées ("gigognes")  
tiretés : structure 1  
pointillés : structure 2  
gras : résultante




ANNEXE 6  
ESTIMATION DE LA TENUE DE VOLEES EN PLACE  
(MINE DES MALINES)

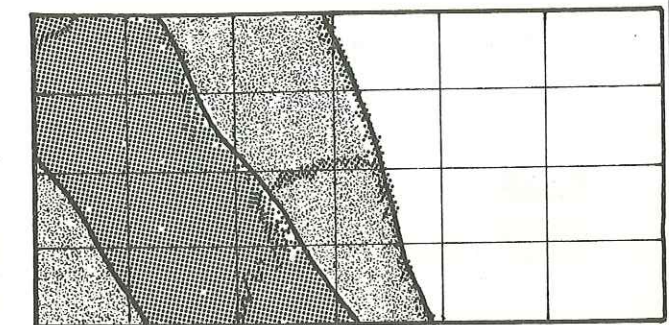


VOIE: R 4 Sud

Volée n°: 1

# ① DESCRIPTION

	Zn fissural dense
	Zn fissural diffus
	dolomie blanche



## ② MESURES FRONTALES

date	18/08
moyenne	3.82
mx	4.80
st	2.08

5.3	7.1	0.8	1.6	0.9	
7.3	7.7		0.2	0.6	
3.3	11.7	4.7	1.0	11.5	0.0
5.1	4.6		5.6	1.8	0.1

## ③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date	16/08
moyenne	12 tr. 3.71 18 tr. 3.71
mx	4.68
st	3.00

		4.4	2.9	1.3	
6.1	8.0		8.5	2.2	0.7
7.2	6.6	2.8		7.0	0.2
2.1	2.0		1.8	1.8	1.0

## ④ PRODUCTION

date	Mx : 22/08 St : 25/08
boues classiques	
mx	3.56
st	

## ⑦ ROULAGE

date	1/09	5/09
quantité	75 t	30 t

## ⑤ TIR

mx	22/08
st	25/08

## ⑧ LAVERIE

date	2/09	6/09
quantité passée	70 t	30 t
masse récupérée	30 kg	30 kg
resultats chimio	4.72	3.02
moyenne pondérée	4.21	

## ⑥ DEBLAYAGE


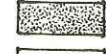

date	24-25 /08	26/08
stockage	302	A.21
quantité	80 t	30 t

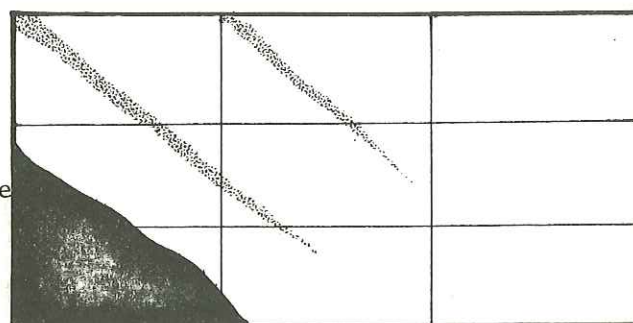


VOIE: R 4 Sud

Volée n°: 2

## ① DESCRIPTION

 minéral rubanné pyrite-blende  
 Zn fissural diffus  
 dolomie grise



## ② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_

moyenne \_\_\_\_\_

 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

## ③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 15/09

moyenne 12 tr. 3.43 18 tr. \_\_\_\_\_

 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

5.20	4.50	0.5
2.00	2.00	2.40
6.25	6.00	2.00

## ④ PRODUCTION

date 15/09

boues classiques 3.62

 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

## ⑤ TIR

 mx 15/09  
 st \_\_\_\_\_

## ⑥ DEBLAYAGE

mx st

date \_\_\_\_\_

stockage 302

quantité 100 t

## ⑦ ROULAGE

mx st

date 23/09

quantité 100 t

## ⑧ LAVERIE

mx st

date 23/09

quantité passée 100 t

masse récupérée 30 kg


resultats chimie 3.48

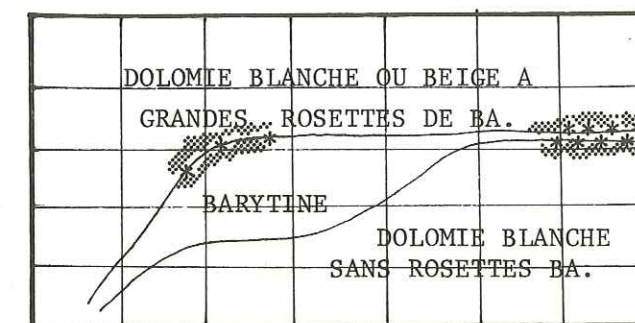
moyenne pondérée

VOIE: R 4 Sud

Volée n°: 3

## ① DESCRIPTION

\* Pb (Galène)  
 Zn (Blende)



## ② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_

moyenne \_\_\_\_\_

 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

## ③ PERFO. D'ECHANTILLONAGE

date 28/05

moyenne 12 tr. 0.98 18 tr. 0.98

 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

0.40	0.10	0.10	0.16	0.12	0.16	0.12
3.06	2.63	0.20		0.10	0.10	0.10
0.46	0.12	0.10		0.12	0.10	0.10

## ④ PRODUCTION

date 28/05

boues classiques \_\_\_\_\_

 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

## ⑤ TIR

 mx 28/05  
 st \_\_\_\_\_

## ⑥ DEBLAYAGE

mx st

date 29/05

stockage 302

quantité 100 t

## ⑦ ROULAGE

mx st

date \_\_\_\_\_

quantité \_\_\_\_\_

## ⑧ LAVERIE

mx st

date \_\_\_\_\_

quantité passée 20 t

masse récupérée 14 kg

resultats chimie 1.03

moyenne pondérée



VOIE: R 4 Sud

Volée n°: 4

① DESCRIPTION

DOLOMIE BLANCHE FINE	DOLOMIE BLANCHE TRES RECRISTALISEE
DOLOMIE ARGILEUSE BITUMINEUSE, FORTEMENT POREUSE.	

② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
moyenne \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 25/04  
moyenne 12 tr. \_\_\_\_\_ 18 tr. 0.20  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

0.2	0.2	0.2		0.2	0.2	0.2
			0.2			
0.2	0.2	0.2		0.2	0.2	0.2
0.2	0.2		0.2		0.2	0.2

④ PRODUCTION

date 25/04  
boues classiques \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx \_\_\_\_\_  
st 25/04 \_\_\_\_\_

⑥ DEBLAYAGE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_  
date 26/04 \_\_\_\_\_  
stockage 302 \_\_\_\_\_  
quantité 100 t \_\_\_\_\_

⑦ ROULAGE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_  
date \_\_\_\_\_  
quantité \_\_\_\_\_

⑧ LAVERIE

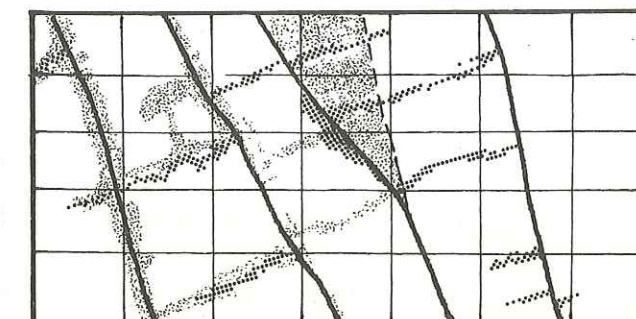
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_  
date \_\_\_\_\_  
quantité passée 10 t \_\_\_\_\_  
masse récupérée 7 kg \_\_\_\_\_  
resultats chimie 0.73 \_\_\_\_\_  
moyenne pondérée \_\_\_\_\_

VOIE: R 13

Volée n°: 1

① DESCRIPTION

Barytine  
Zn fissural  
dolomie grise/rose



② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
moyenne \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 17/04  
moyenne 12 tr. \_\_\_\_\_ 18 tr. 3.39  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

5.3	4.9	1.9		1.6	0.8	1.7
3.2	3.9				3.4	2.6
		3.3		7.5		
	2.8				6.8	1.0

④ PRODUCTION

date 17/04  
boues classiques \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx \_\_\_\_\_  
st 17/04 \_\_\_\_\_

⑥ DEBLAYAGE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_  
date 18/04 \_\_\_\_\_  
stockage 302 \_\_\_\_\_  
quantité 90 t \_\_\_\_\_

⑦ ROULAGE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_  
date 19/04 \_\_\_\_\_  
quantité 90 t \_\_\_\_\_

⑧ LAVERIE




mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_  
date 19/04 \_\_\_\_\_  
quantité passée 15 t \_\_\_\_\_  
masse récupérée 15 kg \_\_\_\_\_  
resultats chimie 3.20 \_\_\_\_\_  
moyenne pondérée \_\_\_\_\_

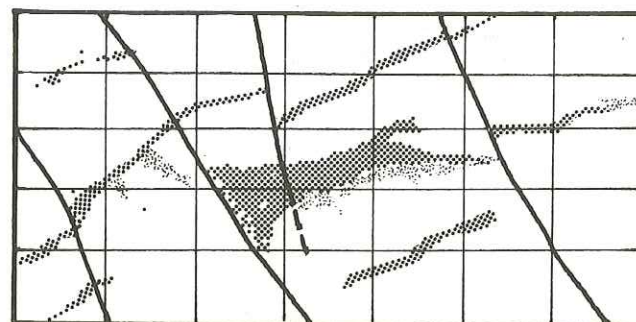


VOIE: R 13

Volée n°: 2

① DESCRIPTION

-  Barytine
-  Zn fissural diffus
-  dolomie grise/rose



② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
 moyenne \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 19/04  
 moyenne 12 tr. \_\_\_\_\_ 18 tr. 1.43  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

1.2	1.3	0.9		0.4	0.5	
			0.2			1.0
	0.5	0.2		0.8	4.4	2.7
6.0						
1.1	0.2		0.2		2.4	1.7

④ PRODUCTION

date 19/04  
 boues classiques \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx \_\_\_\_\_  
 st 19/04 \_\_\_\_\_

⑥ DEBLAYAGE

mx st  
 date 20-24/04 \_\_\_\_\_  
 stockage 302 \_\_\_\_\_  
 quantité 80 t \_\_\_\_\_

⑦ ROULAGE

mx st  
 date 25/04 \_\_\_\_\_  
 quantité 80 t \_\_\_\_\_

⑧ LAVERIE

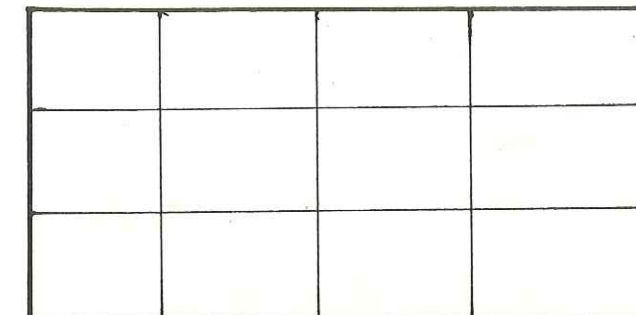
mx st  
 date 25/04 \_\_\_\_\_  
 quantité passée 15 t \_\_\_\_\_  
 masse récupérée 12 kg \_\_\_\_\_  
 resultats chimie 1.70 \_\_\_\_\_  
 moyenne pondérée \_\_\_\_\_

VOIE: R 14

Volée n°: 1

① DESCRIPTION

MINERAL FISSURAL DIFFUS  
 SUR L'ENSEMBLE DU FRONT



② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
 moyenne \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 29/07  
 moyenne 12 tr. 1.80 18 tr. \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

2.37	0.98	0.81	0.60
4.48		0.13	
4.60	2.46	1.29	0.34

④ PRODUCTION

date 2/08  
 boues classiques 2.02 \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx \_\_\_\_\_  
 st 2/08 \_\_\_\_\_

⑥ DEBLAYAGE

mx st  
 date 3-4/08 \_\_\_\_\_  
 stockage 302 \_\_\_\_\_  
 quantité 75 t \_\_\_\_\_

⑦ ROULAGE

mx st  
 date 16/08 \_\_\_\_\_  
 quantité 75 t \_\_\_\_\_

⑧ LAVERIE

mx st  
 date 17-19/08 \_\_\_\_\_  
 quantité passée 50 t \_\_\_\_\_  
 masse récupérée 30 kg \_\_\_\_\_  
 resultats chimie 2.33 \_\_\_\_\_  
 moyenne pondérée \_\_\_\_\_

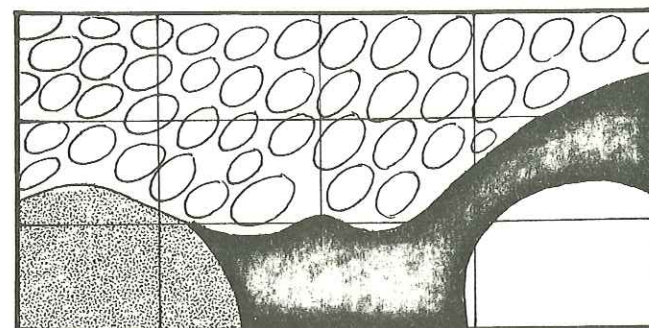


VOIE: R 14

Volée n°: 2

# ① DESCRIPTION

- mineral rubané (Py,B1)
- Zn en imprégnation
- dolomie démantelée



## ② MESURES FRONTALES

date 1/09  
moyenne 5.08  
mx 5.99  
st 2.37

0.3	4.9	3.7	0.5
3.7	3.7	6.4	6.5
2.4	19.7	9.1	0.1

## ③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 2/09  
moyenne 12 tr. 4.35 18 tr. 6.21  
mx 1.25  
st

11.96	9.17	1.65	1.71
8.69	1.90	3.08	1.16
5.79	6.60	0.33	0.23

## ④ PRODUCTION

date 2/09  
boues classiques 9.24  
mx  
st

## ⑤ TIR

mx 2/09  
st 6/09

## ⑥ DEBLAYAGE

mx 5/09 7/09  
st  
date  
stockage face 302 302  
quantité 60 t 25 t

## ⑦ ROULAGE

mx date  
st quantité

## ⑧ LAVERIE

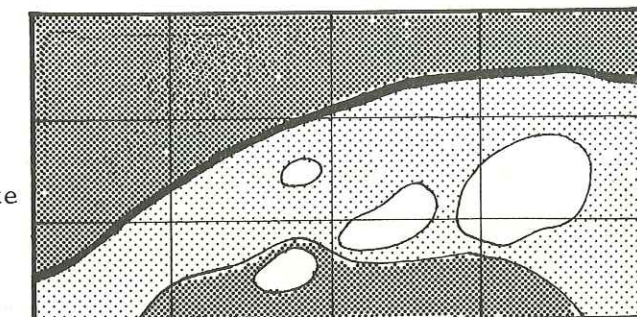
mx 9/09 14/09  
st  
date  
quantité passée 50 t 20 t  
masse récupérée 15 kg 15 kg  
resultats chimie 7.17 3.43  
moyenne pondérée 6.10

VOIE: R 14

Volée n°: 3

# ① DESCRIPTION

- mineral massif Py+B1
- zone à pyrite dominante
- dolomie ivoire
- frange hématitique



## ② MESURES FRONTALES

date 8/09  
moyenne 5.48  
mx 10.46  
st 1.93

9.1	16.6	7.0	0.7
17.0	0.7	1.8	2.2
2.6	1.8	5.8	0.5

## ③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 8/09  
moyenne 12 tr. 6.30 18 tr. 8.78  
mx 1.35  
st

16.25	9.40	15.4	3.8
18.11	1.8	1.0	8.9
0.2	0.5	2.3	2.3

## ④ PRODUCTION

date 8/09  
boues classiques 8.78  
mx  
st

## ⑤ TIR

mx 12/09  
st

## ⑥ DEBLAYAGE

mx 13/09  
st  
date  
stockage 302  
quantité 100 t

## ⑦ ROULAGE

mx 16/09  
st 100 t  
date  
quantité

## ⑧ LAVERIE

mx 16/09  
st  
date  
quantité passée 100 t  
masse récupérée 30 kg  
resultats chimie 5.99  
moyenne pondérée



VOIE: SAS

Volée n°: 1

① DESCRIPTION

MINERAL FISSURAL DIFFUS  
SUR L'ENSEMBLE DU FRONT


② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
moyenne \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 4/08  
moyenne 12 tr. 1.60 18 tr. \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

1.57	1.64		0.57	
4.86	1.67		1.71	0.26
			1.27	0.76

④ PRODUCTION

date 4/08  
boues classiques 7.82  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx 4/08  
st \_\_\_\_\_

⑥ DEBLAYAGE

mx st  
date 5/08  
stockage Carreau  
quantité 75 t

⑦ ROULAGE

mx st  
date 9/08  
quantité 75 t



⑧ LAVERIE

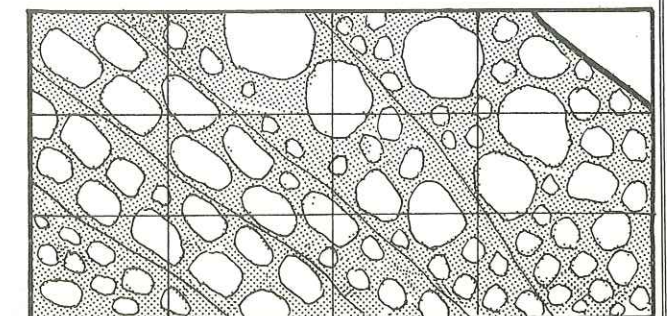
mx st  
date 11/08  
quantité passée 75 t  
masse récupérée 30 kg  
resultats chimie 5.41  
moyenne pondérée

VOIE: R 6

Volée n°: 1

① DESCRIPTION

 dolomie démantelée  
 argiles verdâtres + Zn



② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
moyenne \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 14/09  
moyenne 12 tr. 3.68 18 tr. \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

5.2	4.7	8.8	1.0
3.3	2.0	4.1	2.1
7.5	2.0	2.3	1.1

④ PRODUCTION

date 14/09  
boues classiques 3.86  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx 14/09  
st \_\_\_\_\_

⑥ DEBLAYAGE

mx st  
date 15/09  
stockage 302  
quantité 100 t

⑦ ROULAGE

mx st  
date 20/09  
quantité 100 t

⑧ LAVERIE

mx st  
date 20/09  
quantité passée 100 t  
masse récupérée  
resultats chimie 3.69  
moyenne pondérée



VOIE: D 62

Volée n°: 2

## ① DESCRIPTION

MINERAI FISSURAL DIFFUS  
SUR L'ENSEMBLE DU FRONT


## ② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_

moyenne \_\_\_\_\_

mx  
st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

## ③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 28/07

moyenne 12 tr. 3.56 18 tr. \_\_\_\_\_

mx  
st \_\_\_\_\_

		3.12	4.93	
9.91	3.52		5.29	2.14
1.24		4.14	0.64	0.64

## ④ PRODUCTION

date 29/07

boues classiques 3.62

mx  
st \_\_\_\_\_

## ⑤ TIR

mx  
st 29/07

## ⑥ DEBLAYAGE

mx st

date ?

stockage 302

quantité 125 t

## ⑦ ROULAGE

mx st

date

quantité

? 125 t

## ⑧ LAVERIE

mx st

date

quantité passée

masse récupérée

resultats chimie

moyenne pondérée

10/08

100 t

40 kg

2.87

VOIE: D 62

Volée n°: 3

## ① DESCRIPTION

MINERAI FISSURAL DIFFUS  
SUR L'ENSEMBLE DU FRONT


## ② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_

moyenne \_\_\_\_\_

mx  
st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

## ③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 11/08

moyenne 12 tr. 5.92 18 tr. \_\_\_\_\_

mx  
st \_\_\_\_\_

7.77	7.13		7.57	6.98
6.84	5.27		4.89	7.35
	4.73			2.81

## ④ PRODUCTION

date 12/08

boues classiques 7.68

mx  
st \_\_\_\_\_

## ⑤ TIR

mx  
st 12/08

## ⑥ DEBLAYAGE

mx st

date 17/08

stockage 302

quantité 120 t

## ⑦ ROULAGE

mx st

date 22-23/08

quantité 110 t

## ⑧ LAVERIE

mx st

date 22-23/08

quantité passée 100 t

masse récupérée 14 kg

resultats chimie 5.70

moyenne pondérée

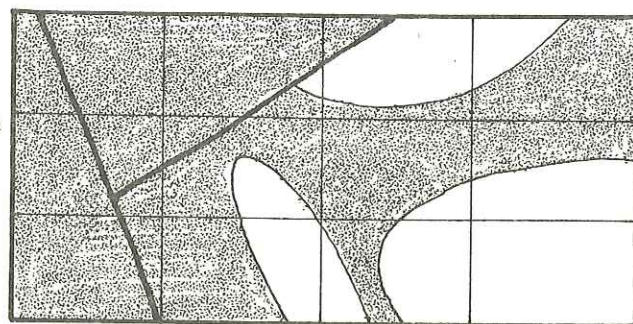


VOIE: D 62

Volée n°: 4

## ① DESCRIPTION

Blende diffuse dans dolomie  
dolomie stérile



## ② MESURES FRONTALES

date 19/08  
moyenne 4.75 (54 mesures)  
mx  
st

6.8	3.2	0.6	3.9
2.1	5.2	3.2	2.3
3.9	7.6	1.2	2.3

## ③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 22/08  
moyenne 12 tr. 5.20 18 tr.   
mx  
st

5.9	6.2	3.3	2.4
6.4	3.9	4.8	5.5
7.9	6.5	7.2	2.4

## ④ PRODUCTION

date 22/08  
houes classiques 10.42  
mx  
st

## ⑦ ROULAGE

date 6/09  
quantité 80 t  
mx st

## ⑤ TIR

mx  
st 23/08

## ⑥ DEBLAYAGE

date 23-24/08  
stockage 302  
quantité 90 t  
mx st

## ⑧ LAVERIE

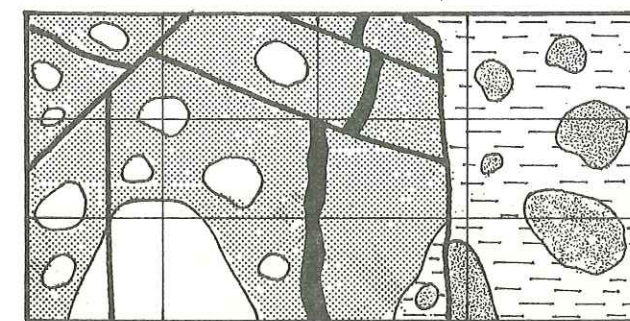
date 7-8/09  
quantité passée 75 t  
masse récupérée 14 kg  
resultats chimie 5.50  
moyenne pondérée  
mx st

VOIE: D 62

Volée n°: 5

## ① DESCRIPTION

Argiles + Zn diffus  
Remplissage argileux  
Argiles litées verdâtres  
Dolomie imprégnée de Zn  
Dolomie stérile



## ② MESURES FRONTALES

date 25/08  
moyenne 5.67  
mx  
st

8.2	6.7	6.1	2.7
5.5	7.6	8.8	6.1
1.6		3.3	5.6

## ③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 25/08  
moyenne 12 tr. 6.04 18 tr.   
mx  
st

11.97	4.88	6.54	6.69
7.5	2.34	5.78	5.69
7.88		4.36	7.19

## ④ PRODUCTION

date 26/08  
houes classiques 3.80  
mx  
st

## ⑦ ROULAGE

date 31/08  
quantité 120 t  
mx st

## ⑤ TIR

mx  
st 29/08

## ⑥ DEBLAYAGE

date 29/08  
stockage 302  
quantité 120 t  
mx st

## ⑧ LAVERIE





date 31/08  
quantité passée 100 t  
masse récupérée 40 kg  
resultats chimie 5.50  
moyenne pondérée  
mx st

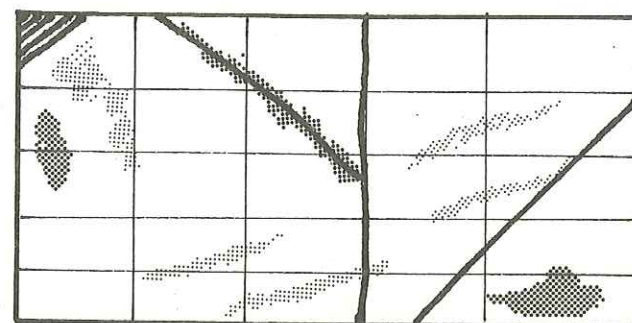


VOIE: D 58.6

Volée n°: 1

① DESCRIPTION

-  Marnes du Trias
-  Zn fissural dense
-  Pyrite
-  Dolomie blanche



② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
 moyenne \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 9/05  
 moyenne 12 tr. 2.37 18 tr. \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

1.44	3.04		1.34	1.34
		2.08		
1.88	1.58			3.10
			6.48	
0.56		1.18		4.40

④ PRODUCTION

date 9/05  
 boues classiques \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx 9/05  
 st \_\_\_\_\_

⑥ DEBLAYAGE

mx st  
 date 10/05  
 stockage \_\_\_\_\_  
 quantité 103 t

⑦ ROULAGE

mx st

date \_\_\_\_\_  
 quantité \_\_\_\_\_

⑧ LAVERIE




mx st

date \_\_\_\_\_  
 quantité passée 20 t  
 masse récupérée 14 kg  
 resultats chimie 1.64  
 moyenne pondérée \_\_\_\_\_

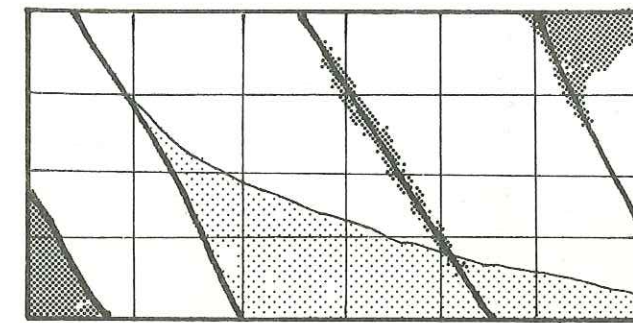
VOIE: D 61.6

Volée n°: 1

① DESCRIPTION

-  Dolomie blanche, stérile
-  Zn fissural, dense
-  Barytine

Nombreuses géodes Ba dans la dolomie



② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
 moyenne \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 29/05  
 moyenne 12 tr. \_\_\_\_\_ 18 tr. 0.53  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

1.72	0.78		0.20	0.20	0.24
		0.20	0.54	1.22	
1.16		0.20		0.46	0.74
0.20		0.20		0.24	0.20

④ PRODUCTION

date 29/05  
 boues classiques \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx 29/05  
 st \_\_\_\_\_

⑥ DEBLAYAGE

mx st  
 date \_\_\_\_\_  
 stockage \_\_\_\_\_  
 quantité \_\_\_\_\_

⑦ ROULAGE

mx st

date \_\_\_\_\_  
 quantité \_\_\_\_\_

⑧ LAVERIE

mx st






date \_\_\_\_\_  
 quantité passée \_\_\_\_\_  
 masse récupérée \_\_\_\_\_  
 resultats chimie 2.28  
 moyenne pondérée \_\_\_\_\_

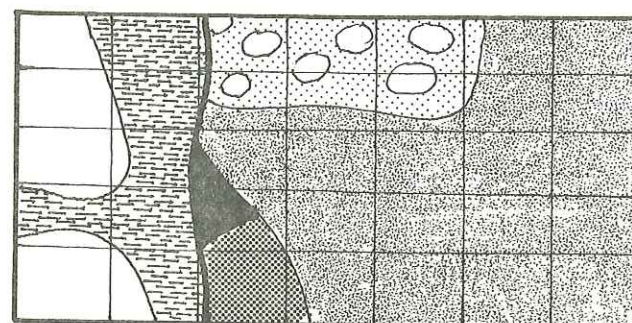


VOIE: D 61-6

Volée n°: 2

① DESCRIPTION

-  Barytine + bitumes
-  Dolomie + Zn,Py fissural
-  Zn pulvérulent dans barytine
-  Argiles gris vert + Zn
-  Dolomie blanche, stérile



② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
 moyenne \_\_\_\_\_  
 L mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 5/06  
 moyenne 12 tr. \_\_\_\_\_ 18 tr. 4.70  
 L mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

8.1	6.9	5.5	5.2	3.3	7.4	4.3
1.2	2.7	1.0		0.4	0.2	0.3
6.7	5.7	9.0	1.7	3.2	1.5	1.0

④ PRODUCTION

date 5/06  
 boues classiques \_\_\_\_\_  
 L mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx \_\_\_\_\_  
 st 5/06

⑥ DEBLAYAGE

date 6/06  
 stockage 302  
 quantité 130 t

⑦ ROULAGE

date 8/06  
 quantité 130 t






⑧ LAVERIE

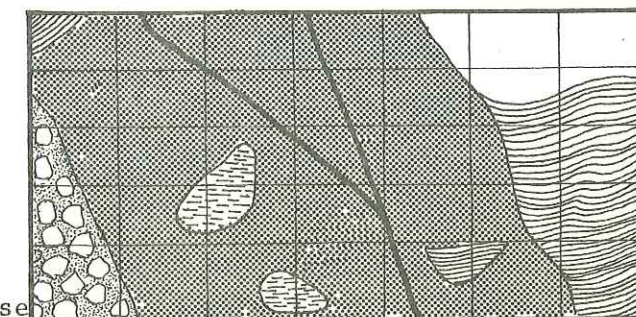
date 9/06  
 quantité passée 100 t  
 masse récupérée 80 kg  
 resultats chimie 4.23  
 moyenne pondérée

VOIE: D 61-6

Volée n°: 3

① DESCRIPTION

-  Zn,Py,Ba fissural,dense
-  Dolomie beige + Zn fiss.
-  Dolomie blanche, stérile
-  Argiles grises, litées
-  Dolomie verdâtre, argileuse



② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
 moyenne \_\_\_\_\_  
 L mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 6/06  
 moyenne 12 tr. \_\_\_\_\_ 18 tr. 5.74  
 L mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

6.6	8.5				2.8	4.0
		6.3	7.0	2.6		
7.4	8.9	8.4		6.2	3.4	4.0
4.0	6.3	8.7	7.9	6.5	1.7	3.4

④ PRODUCTION

date 6/06  
 boues classiques \_\_\_\_\_  
 L mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx \_\_\_\_\_  
 st 6/06

⑥ DEBLAYAGE

date 6-7/06  
 stockage 302  
 quantité 130 t

⑦ ROULAGE

date \_\_\_\_\_  
 quantité \_\_\_\_\_

⑧ LAVERIE






date \_\_\_\_\_  
 quantité passée 120 t  
 masse récupérée 40 kg  
 resultats chimie 4.90  
 moyenne pondérée

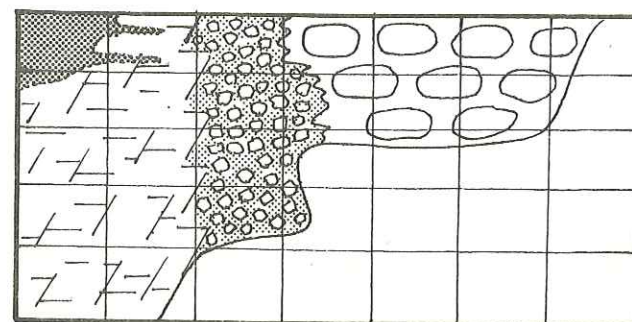


VOIE: D 61-8

Volée n°: 2

① DESCRIPTION

-  Zn pulvérulent (orangé)
-  Dolomie fissurée + Zn
-  Brèche fine, ciment Zn + Ba
-  Dolomie rose démantelée
-  Dolomie blanche "saine"



② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
 moyenne \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 7/05  
 moyenne 12 tr. \_\_\_\_\_ 18 tr. 3.6  
 mx \_\_\_\_\_  
 st 8.7  
0.5

15.8	8.5	1.7	1.4	0.4	0.2	0.2
10.9	7.64	8.00	0.5		0.2	0.2
	1.3				0.2	0.2

④ PRODUCTION

date 7/05  
 boues classiques \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx \_\_\_\_\_  
 st 8/05

⑥ DEBLAYAGE

mx \_\_\_\_\_ st \_\_\_\_\_  
 date 9/05  
 stockage 302  
 quantité 130 t

⑦ ROULAGE

mx \_\_\_\_\_ st \_\_\_\_\_  
 date 10/05  
 quantité 130 t

⑧ LAVERIE

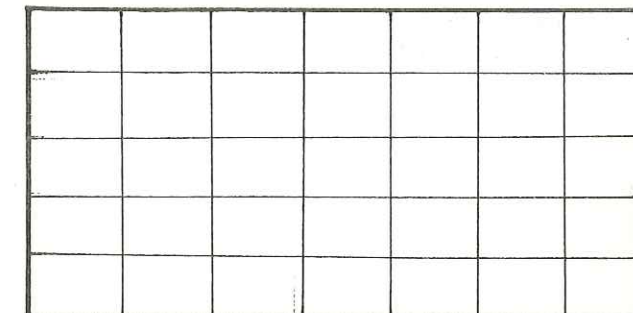
mx \_\_\_\_\_ st \_\_\_\_\_  
 date 10/05  
 quantité passée 80 t  
 masse récupérée 40 kg  
 resultats chimie 3.15  
 moyenne pondérée

VOIE: D 61.8

Volée n°: 3

① DESCRIPTION

MINERAI FISSURAL DIFFUS  
 SUR L'ENSEMBLE DU FRONT



② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
 moyenne \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 15/05  
 moyenne 12 tr. \_\_\_\_\_ 18 tr. 1.07  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

0.20	0.20	0.20		1.08	0.64	0.90
			0.20			
4.84	0.60	3.12		0.36	1.78	1.40
0.20	0.30				0.44	1.76

④ PRODUCTION

date 15/05  
 boues classiques \_\_\_\_\_  
 mx \_\_\_\_\_  
 st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx \_\_\_\_\_  
 st 15/05

⑥ DEBLAYAGE

mx \_\_\_\_\_ st \_\_\_\_\_  
 date 16-23/05  
 stockage 302  
 quantité 100

⑦ ROULAGE

mx \_\_\_\_\_ st \_\_\_\_\_  
 date \_\_\_\_\_  
 quantité \_\_\_\_\_

⑧ LAVERIE

mx \_\_\_\_\_ st \_\_\_\_\_  
 date \_\_\_\_\_  
 quantité passée 20 t  
 masse récupérée 14 kg  
 resultats chimie 1.76  
 moyenne pondérée



VOIE: R 177

Volée n°: 1

① DESCRIPTION

MINERAL FISSURAL DIFFUS  
SUR L'ENSEMBLE DU FRONT


② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
moyenne \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 14/05  
moyenne 12 tr. \_\_\_\_\_ 18 tr. 7.63  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

6.76	6.56	2.76		9.42	14.2	15.3
			8.50			
10.1	8.16	17.7		6.76	1.98	7.62
10.6	5.24		1.88		2.50	1.28

④ PRODUCTION

date 14/05  
houes classiques \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx \_\_\_\_\_  
st 14/05 \_\_\_\_\_

⑥ DEBLAYAGE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_  
date 15/05 \_\_\_\_\_  
stockage 302 \_\_\_\_\_  
quantité 138 t \_\_\_\_\_

⑦ ROULAGE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

date \_\_\_\_\_  
quantité \_\_\_\_\_

⑧ LAVERIE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

date \_\_\_\_\_  
quantité passée 130 t \_\_\_\_\_  
masse récupérée 40 kg \_\_\_\_\_  
resultats chimie 6.09 \_\_\_\_\_  
moyenne pondérée \_\_\_\_\_

VOIE: R 177

Volée n°: 2

① DESCRIPTION

MINERAL FISSURAL DIFFUS  
SUR L'ENSEMBLE DU FRONT


② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
moyenne \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 16/05  
moyenne 12 tr. \_\_\_\_\_ 18 tr. 6.52  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

19.2	1.72	11.9		2.90	12.9	16.8
			9.14			
2.84	4.60				4.08	3.53
		4.14		2.28		
3.02			2.82			2.32

④ PRODUCTION

date 16/05  
houes classiques \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx \_\_\_\_\_  
st 16/05 \_\_\_\_\_

⑥ DEBLAYAGE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_  
date 17/05 \_\_\_\_\_  
stockage 302 \_\_\_\_\_  
quantité 115 t \_\_\_\_\_

⑦ ROULAGE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

date \_\_\_\_\_  
quantité \_\_\_\_\_

⑧ LAVERIE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

date \_\_\_\_\_  
quantité passée 115 t \_\_\_\_\_  
masse récupérée 40 kg \_\_\_\_\_  
resultats chimie 4.93 \_\_\_\_\_  
moyenne pondérée \_\_\_\_\_

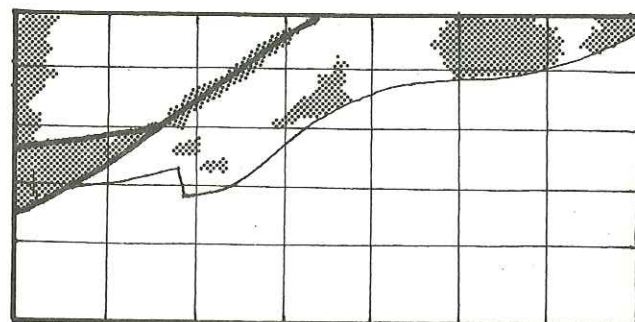


VOIE: R 177

Volée n°: 3

① DESCRIPTION

☐ Dolomie blanche, stérile  
☒ Zn fissural dense



② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
moyenne \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 24/05  
moyenne 12 tr. \_\_\_\_\_ 18 tr. 2.7  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

1.4	1.1				7.3	1.2
			2.7	7.4		
5.4	4.2	1.8		3.1	1.2	0.5
1.0	1.6			1.2	2.2	2.4

④ PRODUCTION

date 24/05  
boues classiques \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx \_\_\_\_\_  
st 24/05 \_\_\_\_\_

⑥ DEBLAYAGE

date 24/05  
stockage 302  
quantité 80 t

⑦ ROULAGE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

⑧ LAVERIE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

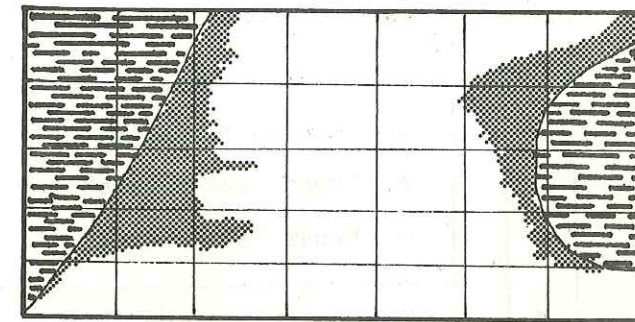
date \_\_\_\_\_  
quantité passée \_\_\_\_\_  
masse récupérée \_\_\_\_\_  
resultats chimie 3.30  
moyenne pondérée

VOIE: D 70

Volée n°: 1

① DESCRIPTION

☒ Argiles noires  
☒ Zn pulvérulent dans fissures  
☐ Dolomie blanche stérile



② MESURES FRONTALES

date \_\_\_\_\_  
moyenne \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

NON EFFECTUEES

③ PERFO. D'ECHANTILLONNAGE

date 7/06  
moyenne 12 tr. 3.15 18 tr. \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

1.62	6.06				1.62	2.36
		6.74	5.30	4.90		
3.46	2.14	1.26		5.20	1.74	2.14
3.56	2.08		3.42	2.60	1.26	2.36

④ PRODUCTION

date 7/06  
boues classiques \_\_\_\_\_  
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

⑤ TIR

mx \_\_\_\_\_  
st 7/06 \_\_\_\_\_

⑥ DEBLAYAGE

date \_\_\_\_\_  
stockage \_\_\_\_\_  
quantité \_\_\_\_\_

⑦ ROULAGE

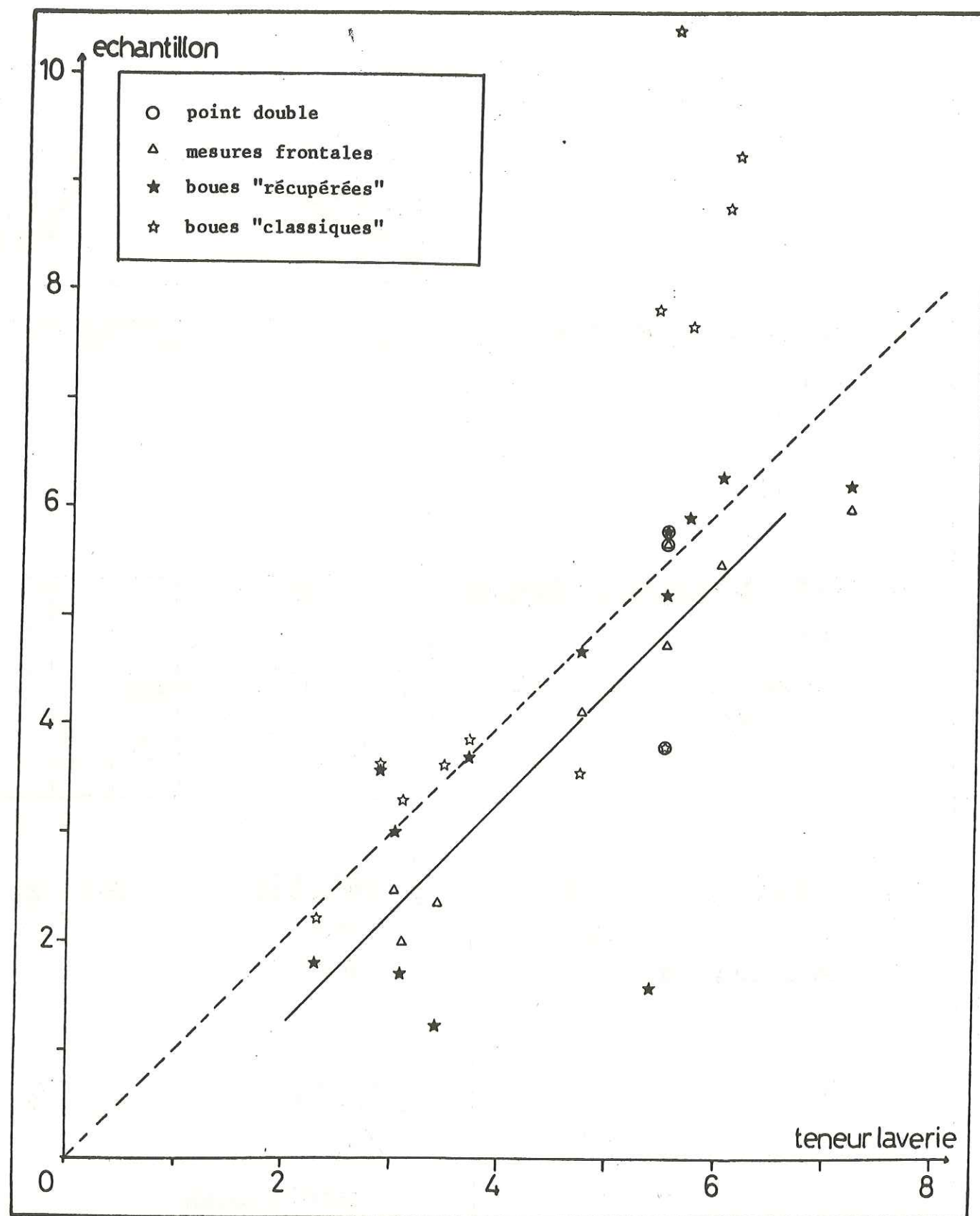
mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

⑧ LAVERIE

mx \_\_\_\_\_  
st \_\_\_\_\_

date \_\_\_\_\_  
quantité passée \_\_\_\_\_  
masse récupérée \_\_\_\_\_  
resultats chimie 4.17  
moyenne pondérée





Comparaison des résultats obtenus par trois méthodes d'échantillonnage  
(12 premières volées)

#### ANNEXE 7

ARTICLE A PARAÎTRE DANS LA REVUE DE L'INDUSTRIE MINÉRALE  
SECTION "LES TECHNIQUES"

PARUTION PRÉVUE : DERNIER TRIMESTRE 1985



## UTILISATION D'APPAREILS DE FLUORESCENCE X PORTABLES EN MILIEU MINIER

### APPLICATION AUX MINERALISATIONS ZINCIFERES

par ETERRADOSSI O.", KAVOURINOS Ch." et ROLLEY J.P."

#### I- INTRODUCTION

Si dans les mines d'uranium on peut depuis longtemps, grâce à des analyses in situ (diagraphies, mesures sur godets ou sur camions), appréhender avec quelque précision la valeur du minerai en place ou abattu, le problème est différent dans les autres mines métalliques. L'échantillonnage et les délais nécessaires à l'analyse rendent très délicate toute quantification aussi bien du minerai en place que du matériau abattu.

La Société Penarroya, l'Ecole des Mines d'Alès, la Société Enertec et le BRGM ont cherché à mettre au point une méthodologie et un matériel adapté à ce problème.

En fait, il s'agit de tenter de résoudre un problème essentiel de toute exploitation minière: la connaissance "physique" du minerai en place à l'échelle d'une unité d'exploitation quotidienne, et cela aussi bien pour obtenir une meilleure rentabilité que pour utiliser au mieux les réserves, en limitant au maximum la dilution ou l'abandon de minerai.

Dans ce qui suit, on développera une partie des travaux entrepris par l'ENSTIMA sur le sujet et en particulier ceux liés à l'utilisation d'appareils XRF (X Ray Fluorescence) portables.

La contribution des appareils XRF portable porte sur deux points:

1- la définition de la géométrie d'une minéralisation en place par analyse de carottes ou de cuttings de sondage et la réalisation de cartes de teneurs de surface. Cette utilisation concerne les phases de reconnaissance.

2- l'évaluation de la teneur en place: lors de l'échantillonnage, en fournissant des résultats fiables de manière quasi-instantanée et, lors de l'analyse structurale, grâce à des mesures de caractère quasi-ponctuel qui, conjointement aux analyses conventionnelles (sondages fond carottés, boues de foration, ...), permettent de préciser la structure de la minéralisation à petite échelle.

Dans ce type d'étude, il convient donc de différencier deux catégories de travaux:

1) ceux destinés à choisir, parmi les appareils d'analyse disponibles, ceux dont les possibilités et les performances sont les mieux adaptées au problème de la mine (cet aspect de caractère purement technologique ne sera pas

\* ENSTIMA, Institut des Matériaux et des Gisements Miniers,  
6, Avenue de Clavières, 30107 Alès.



abordé ici).

2) ceux visant à mettre au point une méthodologie capable de répondre au problème posé, qui est à la fois de définir la géométrie d'une minéralisation en place, son suivi dans une mine en exploitation et la quantification du contenu d'une volée (volume unitaire d'exploitation) avant abattage. Cette démarche apparaît nécessaire si l'on souhaite affiner ou adapter la méthode d'exploitation et son exécution à la structure locale de la minéralisation (adaptation de la taille des galeries aux volumes minéralisés, abattage sélectif ou non, évaluation et orientation des quantités à abattre,...). C'est sur ce point et la façon de l'aborder que porte l'essentiel du texte qui va suivre.

## II- APPAREILLAGE

La description qualitative et quantitative d'une minéralisation à l'aide d'un spectromètre de fluorescence X (XRF) portable, requiert la réalisation de mesures fiables malgré des conditions d'utilisation très variées:

- analyses in-situ sur roches brutes pour la description de la minéralisation;
- analyses sur poudres, boues ou cuttings de foration pour l'estimation.

Si les analyses sur poudres sont classiques et généralement de bonne qualité quel que soit le type d'appareil, pour les autres supports il est nécessaire d'élaborer un étalonnage particulier, minimisant l'influence des paramètres physiques de l'échantillon (granulométrie, humidité, rugosité de surface, ...). Aucun des analyseurs actuellement disponibles sur le marché n'étant adapté à ce problème, deux spectromètres de conception différente ont été utilisés pour cette étude. Leurs caractéristiques sont résumées dans le tableau I.

	NE 1507	"SYRANO"
TYPE	NON DISPERSIF	A DISPERSION D'ENERGIE
NOMBRE D'ELTS DOSES	1 (ZN)	3 (ZN,PB,FE)
ELTS PRIS EN COMPTE	1 (AU CHOIX)	
SOURCE	238 PU (30 MCI)	109 CD (10 MCI)
DETECTEUR	NAI(TL) FILTRES DE ROSS NI/CU	DETECTEUR SI STABILISE ENTRE 0 ET 50 C
TRAITEMENT	ACQUISITION DE COMPTAGES BRUTS ETALONNAGE REALISE PAR L'UTILISATEUR	MICROPROCESSEUR TRAITEMENT DU SPECTRE PAR LOGICIEL "SYRANO" ETALONNAGE IMPLANTE AFFICHAGE DES TENEURS
UTILISATION	POUDRES,DEBRIS SONDAGES CAROTTES ROCHES BRUTES AVEC ETALONNAGE ADAPTE	POUDRES,BOUES

Tableau I : Caractéristiques des spectromètres utilisés

## III- DESCRIPTION DE MINERALISATIONS EN PLACE

La description de minéralisations en place trouve son application principale lors des phases de reconnaissance d'un projet minier (localisation et délimitation des zones minéralisées).

Elle s'exerce sur deux types de supports:

- fronts de taille ou de carrière
- analyses rapprochées sur sondages (carottes ou cuttings).

### III-1 Analyses sur sondages

La base de ces applications est l'acquisition de données nombreuses et rapprochées. Du nombre et de la répartition de ces analyses dépend la qualité de l'image de la minéralisation.

La figure 1 présente deux types de minéralisations très différentes reconnues de la sorte. Les analyses ont été réalisées dans les deux cas sur des carottes, à des intervalles variant entre 15 et 20 centimètres.

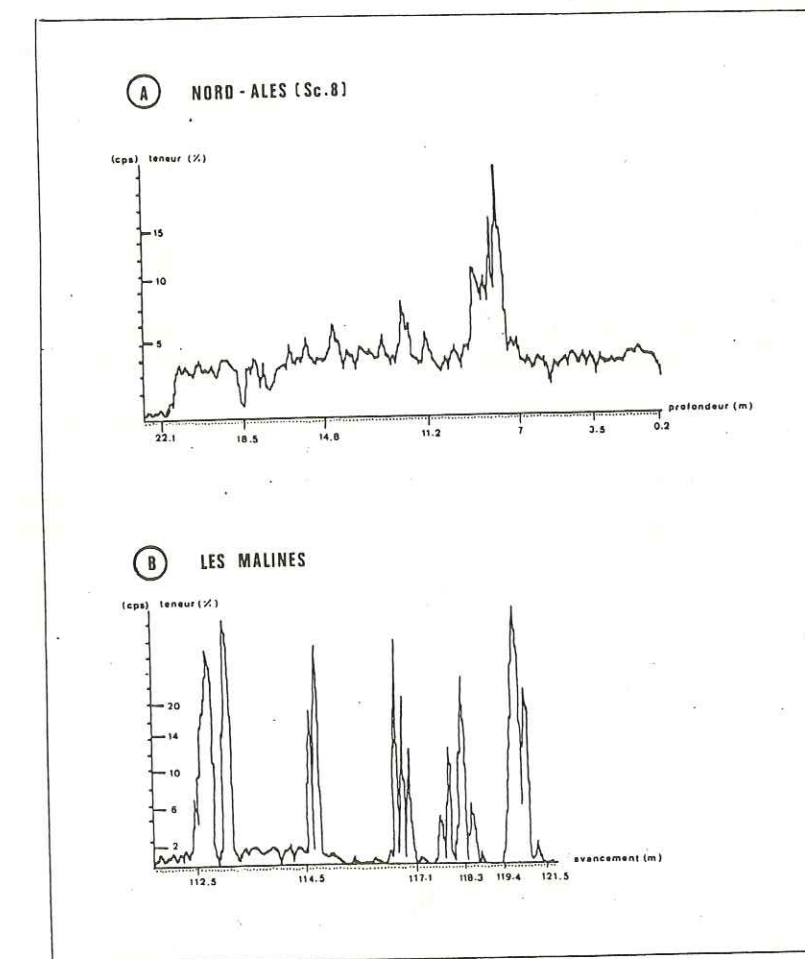


Figure 1 : Mesures sur carottes sciées : minéral oxydé (A) et sulfuré (B)



#### A- Sondage SC 8, prospect Nord-Ales (BRGM)

Foré dans une zone d'oxydation de type "chapeau de fer", ce sondage se révèle extrêmement difficile à interpréter visuellement. La totalité du mètre carotté jusqu'à 22,10 mètres apparaît comme "un ensemble assez indifférencié, d'aspect très argileux, de ton ocre assez uniforme, montrant des réactions positives au zinc dans toute cette tranche." (description extraite du log du sondage). Le minerai y est constitué par de la smithsonite diffuse, non apparente, associée à des minéraux de plomb et d'arsenic.

##### A-1 Description par XRF

Dans cet ensemble homogène, une heure d'analyse par XRF permet de mettre en évidence un schéma à cinq zones:

- h > 22,10m dolomies grises saines situées sous le pied de la zone d'oxydation, stérile avec quelques traces de sulfures.
- 22,10>h>16,00 zone à teneurs légèrement plus élevées, pas de structuration.
- 16,00>h>9,00 zone à teneur moyenne un peu plus élevée avec une structuration de la minéralisation.
- 9,00>h>7,50 zone à forte teneur moyenne, nettement tranchée sur le fond et non corrélée à une variation de faciès.
- 7,50>h>0 teneur moyenne peu élevée, sans structuration.

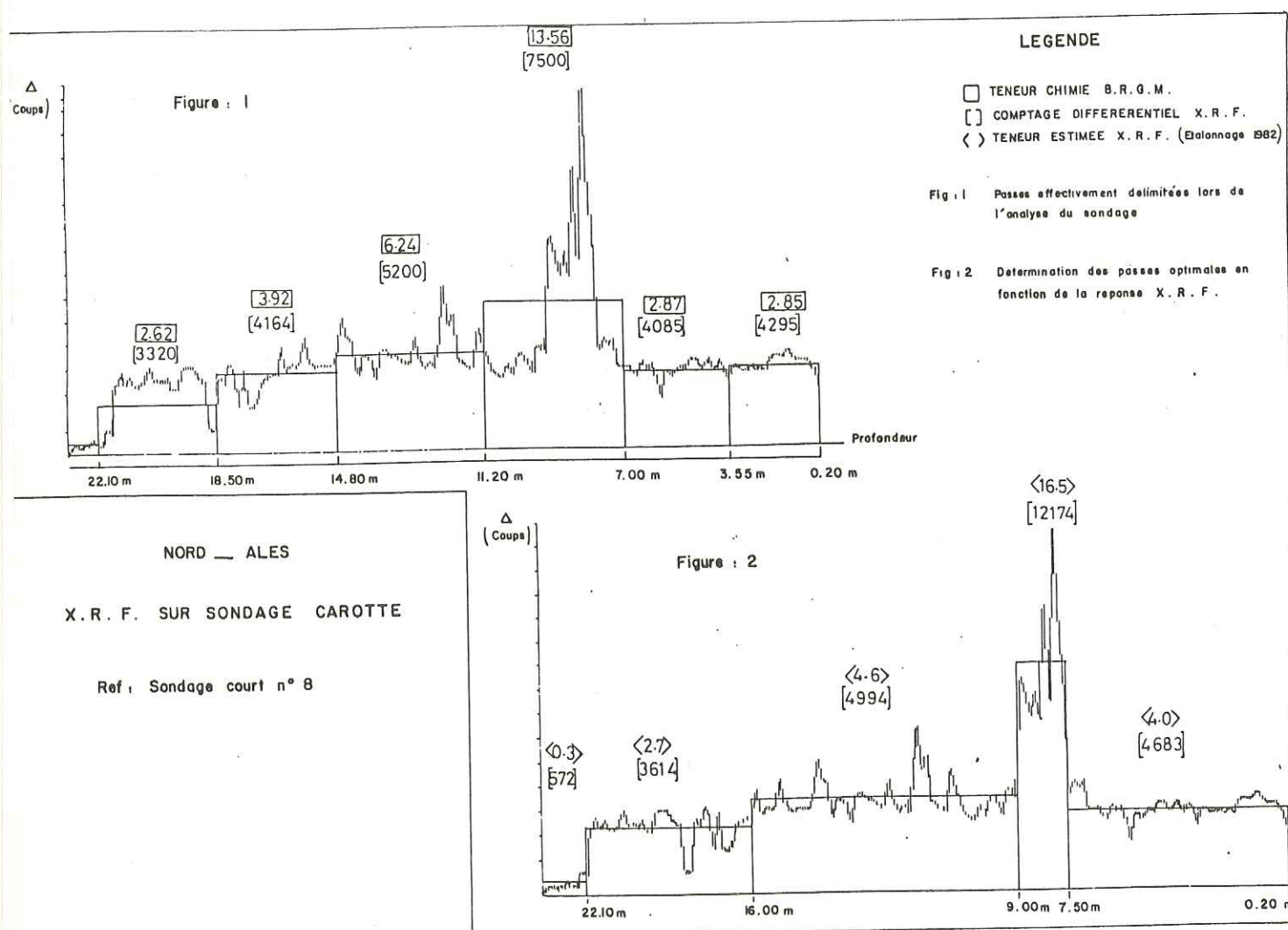


Figure 2 : Détermination du découpage optimal d'un sondage au moyen d'analyses XRF sur carottes sciées

#### A-2 Choix des longueurs à analyser par voie classique

Dans le cas de sondages d'allure très homogène, l'impossibilité de définir des passes à analyser à partir de limites lithologiques ou minéralogiques conduit les responsables de la prospection à adopter un découpage "géométrique" plus ou moins arbitraire qui peut fausser la variabilité réelle des teneurs.

Dans le cas du présent sondage (fig.2), ce découpage conduit à une représentation inexacte, comme le montre la surévaluation de la puissance de la passe riche (4,20m à 13,56%), tandis qu'un découpage basé sur les profils XRF la réduit à 1,5m avec une teneur de 16,5% environ. On peut ainsi améliorer la qualité des données en vue d'une meilleure appréhension de la minéralisation et d'une meilleure utilisation pour l'évaluation du potentiel de la zone.

##### A-3 Conclusions

- L'étude par XRF du sondage du prospect de Nord-Ales a permis:
- 1- de déterminer la répartition du minerai dans un ensemble indifférencié;
  - 2- de contrôler la coïncidence de cette répartition avec l'hypothèse génétique émise au départ;
  - 3- de mettre en évidence l'intérêt d'une préanalyse du sondage pour le choix du découpage des passes à analyser.

#### B- Sondage fond, Quartier de Sanguinède, mine des MALINES (SMMP)

L'observation des carottes de ce sondage montre un minerai de zinc sulfuré occupant des fissures infra-centimétriques dans des schistes noirs eux-mêmes totalement stériles (teneur inf. à 0,2%). La répartition révélée par l'analyse XRF est de type "tout ou rien" et correspond bien à ce qui peut être observé. Lorsque la fissuration s'intensifie, on rencontre des brèches à ciment blendeux (117,5 à 118,5m.) constituant des zones riches de plus grande épaisseur.

La teneur moyenne de telles formations apparaît donc comme la juxtaposition de teneurs extrêmes, avec prédominance nette du stérile. L'observation précoce d'une telle variabilité doit provoquer une réflexion sur les problèmes d'échantillonnage (choix d'une méthode, nombre de prélèvements).

#### III-2 TENEURS SUR FRONT DE TAILLE

##### III-21 Méthodologie

Cette méthode est destinée à acquérir rapidement une carte de répartition des teneurs en vue:

- de délimiter l'extension de la minéralisation;
- de mettre en évidence des phénomènes d'échelle inférieure à celle de la maille d'analyse sur support classique.

Pour ce type d'analyse on utilise un étalonnage spécifique permettant des mesures directement sur roches brutes. Leur nombre et leur répartition sont fixés en fonction de résultats obtenus par ailleurs sur le site et de la connaissance du phénomène à étudier.



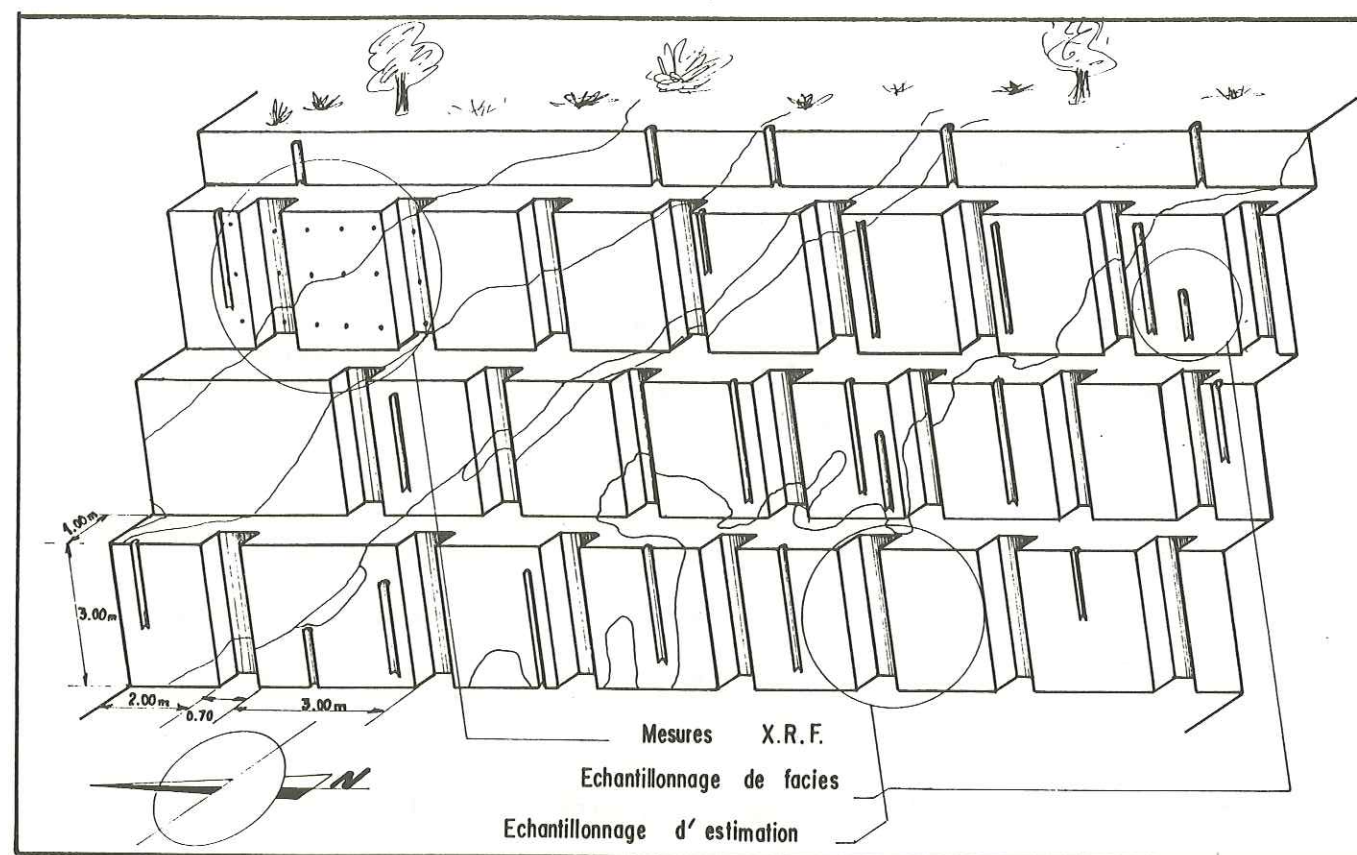


Figure 3 : Carrière BRGM : rapports géométriques et volumiques entre les différentes méthodes d'échantillonnage

### III-22 Exemple de la carrière des Arboussets (prospect Nord-Ales)

#### A-Cadre de l'expérience

La carrière, ouverte par le BRGM à la suite d'une série de sondages positifs, est centrée sur l'un d'entre eux. Elle met à jour des formations oxydées, argilo-carbonatées et silto-gréseuses se développant aux dépens de dolomies grises hettangiennes.

Les faciès rencontrés sont ocre-jaune, sableux, à clastes dolomitiques et envahis par des oxydes de fer scoriacés. Comme dans le sondage Sc 8, la simple observation ne permet pas de discerner la minéralisation.

#### B-Données antérieures à l'étude XRF

Afin de reconnaître et d'évaluer la minéralisation, le BRGM a procédé à deux séries d'analyses, basées sur deux types d'échantillons (fig.3):

- 29 rainurages de faible volume, dispersés dans tous les faciès et d'orientation variable, pour étudier la corrélation teneur/lithologie.
- 23 saignées parallélipédiques (3m/0,7/0,7) pour l'évaluation de la teneur moyenne et du tonnage.

Les résultats de ces investigations mettent en évidence que:

- les teneurs du sondage axial ne sont pas extrapolables à l'ensemble du front de taille;
- la répartition des teneurs n'est pas structurée;
- les variations de teneur ne sont pas uniquement contrôlées par la lithologie;
- l'ensemble de la zone est faiblement minéralisé.

A cette échelle, les teneurs de ce front de taille ne montrent donc pas d'organisation décelable.

#### C-Résultats de l'étude XRF

Une demi-journée de terrain a été nécessaire à l'obtention des 300 analyses ponctuelles de surface (une par mètre carré) utilisées dans l'étude qui va suivre.

##### C-1 Description géométrique

Cette description peut être réalisée soit à l'aide des comptages bruts (nombre d'impulsions) soit à l'aide des teneurs calculées (étalonnage).

La minéralisation ainsi mise en évidence (fig.4) forme une bande oblique d'une puissance de 9 mètres et de pendage apparent 20° Nord. Cette forme est en partie déterminée par l'orientation générale des terrains recouvrant la dolomie saine (allongement des auréoles minéralisées parallèlement aux limites de couches). On note néanmoins:

- une légère obliquité sur la stratification;
- des indentations subverticales;
- des zones minéralisées pénétrant dans les dolomies saines.

Ces deux derniers phénomènes sont fréquemment soulignés par des oxydes de fer et semblent liés à des fractures.

##### C-2 Répartition des teneurs

A l'échelle d'investigation de ce travail, on note essentiellement (fig.5):

- une relation entre les fortes teneurs et la formation dolomitique ocre, avec concentration au niveau du contact;
- la faible proportion des teneurs supérieures à 6%;
- la disposition centripète des teneurs (2 à 4% au toit et au mur, 4 à 6% dans les zones intermédiaires et 6 à 8% au coeur de la zone minéralisée). Les teneurs supérieures à 8% ne montrent pas, à ce niveau d'observation, de comportement explicable.

#### D- Conclusions

Deux échelles d'investigation ont été utilisées pour l'étude de la carrière des Arboussets.

La première, antérieure à l'étude XRF, utilise des saignées réalisées à intervalle d'environ 4 mètres. A cette échelle c'est l'aspect chaotique du phénomène qui est mis en évidence. La minéralisation semble alors n'obéir à aucune loi de répartition.

La seconde, menée à l'échelle métrique au moyen d'analyses de surface par XRF, permet de mettre en évidence un comportement moins erratique.

Cette expérience illustre donc les deux aspects d'une minéralisation:



- un aspect erratique, aléatoire;
- un aspect structuré.

Lorsqu'on étudie le phénomène à l'aide d'analyses très dispersées, seul l'aspect erratique est perçu, car les grandes distances masquent la structure. L'étude nécessite donc une maille d'analyse plus fine.

#### IV - ETUDE D'UNE MINERALISATION A PETITE ECHELLE

##### IV-1 Présentation du problème

Lors de l'exploitation, pour quantifier une volée on ne dispose que d'informations fragmentaires définies sur un support modeste (trous de tir, rainurages,...) vis à vis du volume à estimer. On utilise donc un estimateur à la place de la teneur réelle, inconnue, de ce volume. Ce faisant on introduit différents types d'erreurs qui sont dus par exemple: à l'effet de support, à l'effet d'information, etc...

Il ne s'agit donc plus ici de résoudre un problème d'analyse mais de chercher le type d'information le mieux adapté à une estimation aussi précise que possible.

L'objectif fixé est l'étude des caractéristiques de l'erreur en fonction de l'estimateur utilisé. L'outil géostatistique, prenant en compte la structure de la minéralisation (régionalisation des teneurs) semble donc le mieux adapté à ce problème. Car il est évident qu'une bonne connaissance de la structure de la minéralisation est indispensable à une bonne évaluation.

La suite de notre travail a donc porté essentiellement sur l'étude de la structure de la minéralisation du quartier d'ESPERANCE à la mine des Malines (Gard). Il s'agit d'une minéralisation de type fissural, à blende dominante. On utilisera les appareils XRF portables pour obtenir:

- 1-d'une part des analyses en temps réel directement sur le chantier permettant ainsi la multiplication des mesures et donc du nombre d'informations;
- 2-d'autre part des analyses ponctuelles, directement en place, autorisant une connaissance beaucoup plus fine de la structure de la minéralisation à petite échelle.

##### IV-2 Analyse structurale

###### 2-1 Introduction

La description d'un phénomène réel, comme une minéralisation, ne peut se limiter à la simple collecte de données numériques (qui ne sont qu'une première image du phénomène). Elle doit aussi intégrer la connaissance qualitative de celui-ci, sous forme d'observations géologiques (pétrographie, structure,...), servant à s'assurer que les données numériques sont bien représentatives de la totalité du phénomène. L'association de ces deux types d'information constitue un modèle numérique dont on déduira le variogramme, qui est le modèle opérationnel caractéristique de la régionalisation des teneurs.

###### 2-2 Structure du quartier

Le quartier d'ESPERANCE est constitué par un socle dolomitique paléozoïque très fracturé, recouvert de marnes noires triasiques. Les fractures s'organisent en deux directions principales sub-orthogonales (40° Nord et 110° Nord). Ce réseau contrôle la minéralisation par l'intermédiaire de circulations de fluides (minerai fissural, cavités de dissolution et remplissages karstiques). L'ensemble provoque une structuration de la minéralisation depuis l'échelle décimétrique jusqu'à la centaine de mètres.

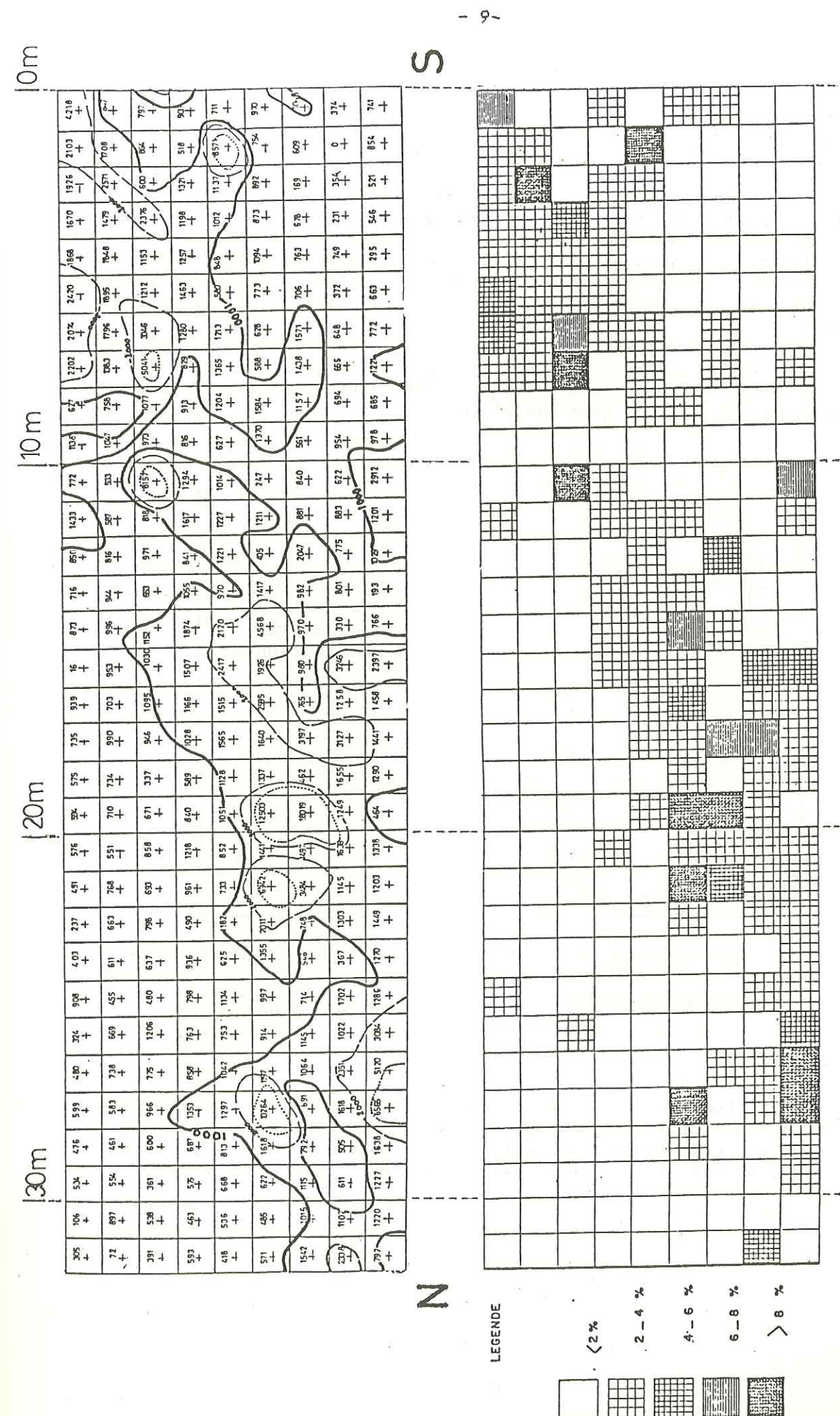


Fig. 4 et 5 : Carrière Arboussets (BRGM)  
Mise en évidence de la zone minéralisée (comptages bruts, en haut) et répartition des teneurs en zinc (classe de 2 % en bas)



### 2-3 Informations disponibles

Le quartier d'ESPERANCE est reconnu par 23 sondages de directions et d'inclinaisons diverses, forés à partir des galeries d'exploitation. Ces sondages sont analysés sur des carottes de longueur variable, dont la majorité sont métriques, les autres allant de 1,5 à 3 m. La longueur des sondages varie entre 8 et 86 mètres.

Nous avons d'autre part réalisé une campagne de mesures ponctuelles de surface (environ 1cm<sup>2</sup>) sur les parements de certaines galeries, au moyen de l'analyseur portable Nuclear Entreprise. Ces analyses ont été effectuées selon des lignes horizontales et verticales dans des galeries sélectionnées en fonction de critères géologiques (directions N 20 et N 120). Toutes ces analyses ont été réalisées au pas constant de 12,5 cm. Au total nous disposons de 1308 points analysés.

Le troisième type de données est constitué par des analyses de boues de foration recueillies trou par trou pour 24 volées. Au total 353 données sont disponibles, sous forme d'analyses XRF contrôlées ensuite par voie chimique classique (absorption atomique, figure 6).

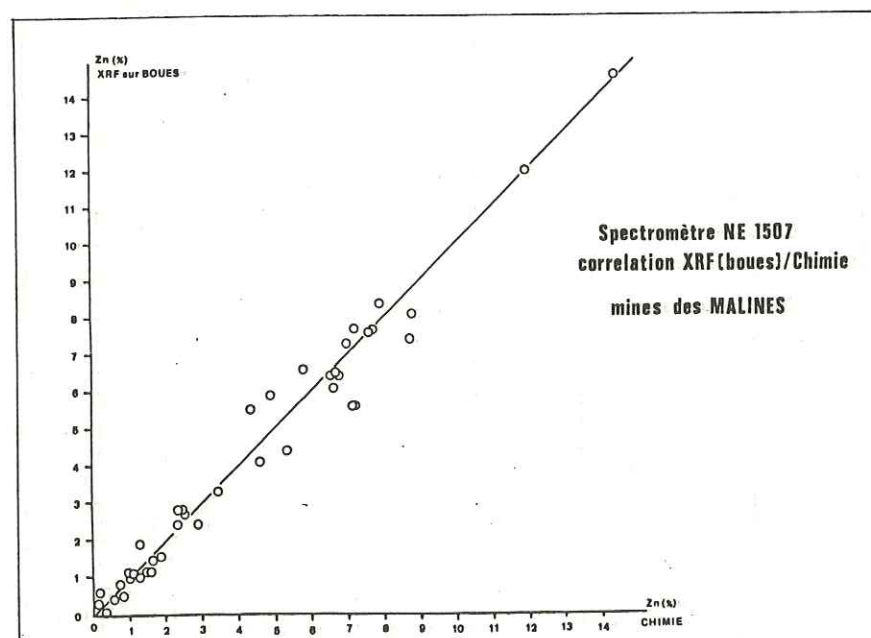


Figure 6 : Corrélation entre analyses sur boues hétérométriques humides (XRF) et analyse chimique (absorption atomique) - On a indiqué la première bissectrice

Lors de cette campagne d'échantillonnage on a procédé à une approche expérimentale de l'influence du nombre de trous prélevés par volée (figure 7), sur la précision de l'estimation de sa teneur moyenne. La valeur de référence a été l'échantillonnage d'entrée laverie de chaque volée traitée séparément.

**VOIE: R4 Sud Volée n°: 1**

① **DESCRIPTION**

② **MESURES FRONTALES**

date	18-08
moyenne	3.82
mx	4.80
st	2.08

5.3	7.1	0.8	1.6	0.9
7.3	7.7		0.2	0.6
3.3	11.7	4.7	1.0	11.5
5.1	4.6		5.6	1.8

③ **PERFO. D'ECHANTILLONNAGE**

date	16-08
moyenne	12 tr. 3.71 18 tr. 3.71
mx	4.68
st	3.00

		4.4	2.9	1.3
6.1	8.0		8.5	2.2
7.2	6.6	2.8		7.0
2.1	2.0		1.8	1.8

④ **PRODUCTION**

date	22-25
boues classiques	
mx	3.56
st	

⑤ **TIR**

mx	22-08
st	25-08

⑥ **DEBLAYAGE**

date	24-25	26
stockage	30t	A21
quantité	80t	30t

⑦ **ROULAGE**

date	1-09	5-09
quantité	75t	30t

⑧ **LAVERIE**

mx	st
date	2-09 6-09
quantité passée	70t 30t
masse récupérée	30kg 30kg
resultats chimie	4.72 3.02
moyenne pondérée	4.21

Figure 7 : Fiche de suivi d'une volée (tir sélectif) lors de l'expérience d'échantillonnage. Le terme "boues classiques" fait référence à l'ancienne méthode d'échantillonnage utilisée aux Malines



## 2-4 Résultats

Une étude structurale a été effectuée pour chacun de ces supports. Les variogrammes (demi-variogrammes) obtenus ne montrant pas d'anisotropie directionnelle significative, ceux-ci ont donc pu, pour chaque support, être regroupés en un seul variogramme (demi-variogramme) moyen représentatif de la régionalisation des teneurs du quartier.

### a) sondages carottés

La figure 8 montre le variogramme expérimental moyen obtenu et son ajustement par deux modèles sphériques gigognes avec effet de pépité. La longueur des carottes étant très voisine de celle de la première structure, celle-ci n'est que peu visible.

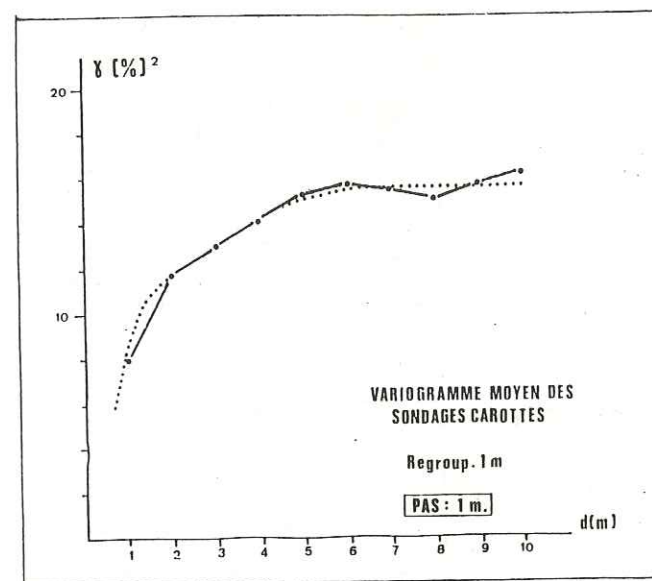


Figure 8 : Variogramme expérimental (gras) et ajustement (pointillés) des sondages carottés (passes de 1 m)

### b) mesures ponctuelles

Le variogramme moyen expérimental obtenu (figure 9) peut être ajusté par le même modèle à deux structures que ci-dessus. Cette fois la première structure apparaît nettement, alors que la seconde est en partie masquée par les fluctuations de teneur à courte distance.

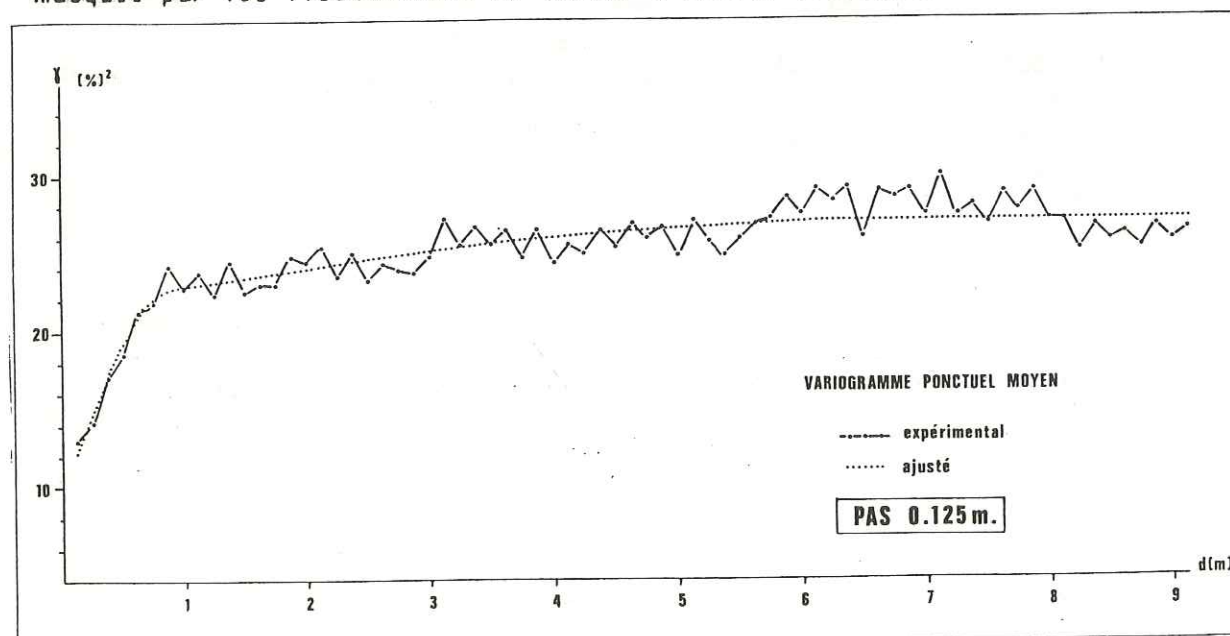


Figure 9 : Variogramme ponctuel moyen (mesures XRF sur parements des galeries)

### c) boues de foration

Il est essentiel de disposer du variogramme des boues de foration car elles constituent l'information de base à partir de laquelle se fera l'estimation de la teneur des volées (ces boues constituant un composite de 2,70m). Il est important de vérifier que la structure obtenue sur ce support est compatible avec le modèle établi précédemment. Les différents variogrammes calculés ( $0^\circ, 45^\circ, 90^\circ, 135^\circ$ ) ont ici aussi pu être regroupés en un variogramme moyen (figure 10) qui peut être ajusté comme on le voit à partir des structures définies auparavant.

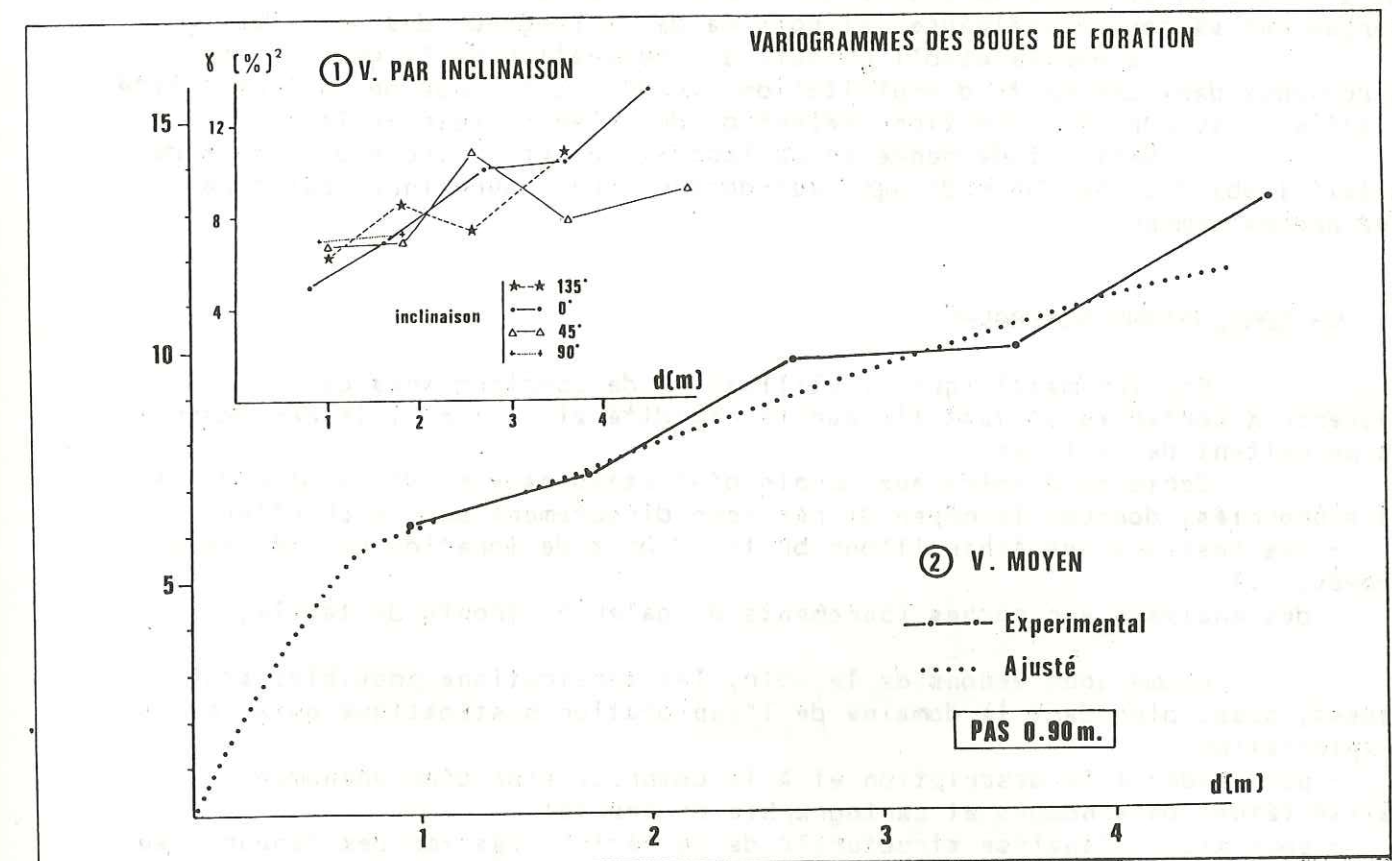


Figure 10 : Variogrammes par inclinaison et variogramme moyen des boues de foration



#### IV-3 Conclusions

L'étude structurale conduite ici nous a permis de caractériser la régionalisation des teneurs dans l'espace à l'aide d'un modèle mathématique.

Les données disponibles étant définies sur trois supports différents (mesures ponctuelles, teneurs des carottes, teneurs des boues de foration) le modèle théorique doit correspondre après changement de support aux résultats expérimentaux obtenus sur chacun d'eux.

Cette condition étant bien vérifiée par un modèle isotrope à deux schémas sphériques gigognes avec effet de pépité, c'est ce modèle qui a été retenu.

Au cours de cette étude, l'utilisation de mesures ponctuelles a aidé à mettre en évidence la petite structure. Dans les sondages, celle-ci est mal perçue car sa zone d'influence est voisine de la longueur des carottes.

Le modèle établi permettra l'évaluation de la quantité de métal contenue dans une unité d'exploitation (volée) et l'étude de la sensibilité à la taille du support de sélection (sélection de volée ou intra-volée).

Cette étude menée en collaboration avec l'Ecole des Mines de Paris fait l'objet d'une thèse d'ingénieur-docteur (Ch. Kavourinos) qui sera publiée prochainement.

#### V- CONCLUSIONS GENERALES

En mine métallique, l'utilisation de spectromètres de fluorescence X portables se justifie par la rapidité et la fiabilité des mesures qu'ils permettent de réaliser.

Certains d'entre eux, munis d'un étalonnage et d'une méthode de mesure appropriés, donnent le moyen de réaliser directement sur le chantier :

- des analyses sur échantillons bruts (débris de foration non séchés et non broyés,...)
- des analyses sur roches (parements de galerie, fronts de taille,...)

Comme nous venons de le voir, les applications possibles sont nombreuses, aussi bien dans le domaine de l'exploration systématique qu'au cours de l'exploitation :

- pour aider à la description et à la compréhension d'un phénomène minéralisé (étude de sondages et cartographie de fronts)
- pour aider l'analyse structurale de la régionalisation des teneurs, au moyen de mesures ponctuelles (sur parements de galeries par exemple)
- pour obtenir un nombre adéquat d'analyses en vue d'une exploitation sélective (analyses en temps réel sur le chantier).

#### DERNIERE PAGE D'UNE THESE

#### 3<sup>E</sup> CYCLE, DOCTEUR INGÉNIEUR OU UNIVERSITÉ

Vu les dispositions de l'arrêté du 16 avril 1974,

Vu les rapports de M. P. Boule.....

M. P. Polley.....

M. ET. ERADASSI..... est autorisé  
à présenter une thèse en vue de l'obtention du grade de DOCTEUR de l'Université  
de Grenoble I.....

Grenoble, le

3 JUIN 1985

Le Président de l'Université Scientifique  
et Médicale



M. TANCHE  
P. Tanche



## L'ANALYSE IN-SITU PAR FLUORESCENCE X :

### UNE METHODE ADAPTEE A L'ESTIMATION DE MINERALISATIONS EN PLACE.

#### APPLICATION AUX MINERALISATIONS ZINCIFERES.

**Mots-clés :** Fluorescence X, Spectromètre portable, Analyse in-situ, Zinc, Mine, Estimation, Reconnaissance

#### **Résumé :**

La possibilité d'utiliser un spectromètre XRF portable pour décrire et estimer une minéralisation avant abattage est étudiée en laboratoire puis sur des cas pratiques de prospection et d'exploitation.

La détermination de la géométrie et l'estimation de la teneur d'un volume en place sont des processus indispensables à la bonne marche d'une exploitation minière.

4 SEP. 1985

Ces informations, qui permettent de mieux gérer l'exploitation, soit en n'engageant pas des frais de production pour des volumes non rentables, soit en sélectionnant dans ces volumes la partie supérieure à la teneur de coupure (par abattage sélectif), doivent être intégrées au cycle de production.

UNIVERSITE DE GRENOBLE

INSTITUT DE GEOLOGIE

DOCUMENTATION

RUE MAURICE GIGNOUX

E 38031 GRENOBLE CEDEX

TEL. (76) 87.46.43

Une bonne estimation nécessite au départ :

- des informations (estimateurs) nombreuses et de bonne qualité ;
- une connaissance de la structure de la minéralisation à petite échelle (sous forme d'un variogramme permettant des opérations géostatistiques : krigeage, simulations...).

Ceci implique la réalisation d'analyses sur des supports variés : poudres, boues hétérométriques, carottes, roches brutes.

Après avoir établi les règles d'utilisation d'un spectromètre portable pour ces analyses in-situ, on étudie les différentes méthodes d'étalonnages possibles, ainsi que leurs limites d'application.

Les hypothèses émises dans cette première partie sont vérifiées par l'étude de cas expérimentaux choisis dans des types variés de minéralisations zincifères (Saint-Salvy, Les Malines, Nord-Alès, Chessy). Les possibilités réelles de description et d'estimation y sont comparées avec :

- les descriptions géologiques et les hypothèses génétiques émises par les géologues du site.
- les analyses par voie chimique accompagnant les travaux classiques.

Cet ensemble d'essais débouche sur une étude d'estimation de volées en place, à la mine des Malines (Gard; France). Le spectromètre portable y est utilisé pour acquérir les estimateurs (boues de foration) et pour compléter l'étude géostatistique à une échelle inférieure à celle des sondages carottés.

Au total, une méthode originale d'estimation avant abattage est mise au point sous forme encore expérimentale, et débouche sur l'étude des possibilités de sélectivité intra-volée.